Source d'ions Turbo V™

Guide de l'opérateur





Numéro du document : D5040193 A
Date de publication : Juillet 2012

Ce document est fourni aux clients qui ont acheté un équipement AB Sciex afin de les informer sur le fonctionnement de leur équipement AB Sciex. Ce document est protégé par les droits d'auteur et toute reproduction de tout ou partie de son contenu est strictement interdite, sauf autorisation écrite d'AB Sciex.



Le logiciel éventuellement décrit dans le présent document est fourni en vertu d'un accord de licence. Il est interdit de copier, modifier ou distribuer le logiciel sur tout support, sauf dans les cas expressément autorisés dans le contrat de licence. En outre, l'accord de licence peut interdire de décomposer un logiciel intégré, d'inverser sa conception ou de le décompiler à quelque fin que ce soit.



Des parties de ce document peuvent faire référence à d'autres fabricants et/ou à leurs produits, qui peuvent comprendre des pièces dont les noms sont des marques déposées et/ou fonctionnent comme des marques commerciales appartenant à leurs propriétaires respectifs. Cet usage est destiné uniquement à désigner les produits des fabricants tels que fournis par AB Sciex intégrés dans ses équipements et n'induit pas implicitement le droit et/ou l'autorisation de tiers d'utiliser ces noms de produits comme des marques commerciales.

AB Sciex ne garantit en aucun cas l'adéquation de ce matériel à un usage spécifique et décline toute responsabilité ou responsabilité conjointe, notamment pour tout dommage indirect ou accessoire, toute utilisation qu'un acheteur peut faire de l'équipement décrit ici ou toute conséquence résultant de cet usage.

Réservé exclusivement à des fins de recherche. Ne pas utiliser dans le cadre de procédures de diagnostic.

AB SCIEX
71 Four Valley Dr., Concord, Ontario, Canada. L4K 4V8.
AB Sciex LP est certifié ISO 9001.

Imprimé au Canada.

Table des Matières

Présentation de la source d'ions 1

La source d'ions Turbo V™ permet d'utiliser la sonde TurboIonspray® ou APCI (ionisation chimique à pression atmosphérique) dans le même logement de source d'ions.

Utiliser la source d'ions pour l'ionisation par électropulvérisation, avec la sonde TurboIonSpray, ou pour l'ionisation chimique, avec la sonde APCI. Les applications pour la source d'ions comprennent le développement d'une méthode qualitative et une analyse qualitative et quantitative.

Pour obtenir les informations réglementaires et sur la sécurité du spectromètre de masse, consulter le *Safety Guide* (Guide de la sécurité) (D1000012640). En cas d'utilisation d'un instrument de la série 4500 ou 6500, se reporter au *System User Guide* (Manuel d'utilisation) (D5030863 ou D5030602).





AVERTISSEMENT !Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : utiliser la source d'ions seulement si vous avez les qualifications et la formation appropriées et si vous connaissez les règles de confinement et d'évacuation des matériaux toxiques ou nuisibles utilisés avec la source d'ions. Toute substance toxique ou nocive introduite dans cet équipement sera présente dans la source d'ions et sa sortie d'évacuation.

À propos de la source d'ions

La figure 1-1, page 6 indique les pièces de la source d'ions.

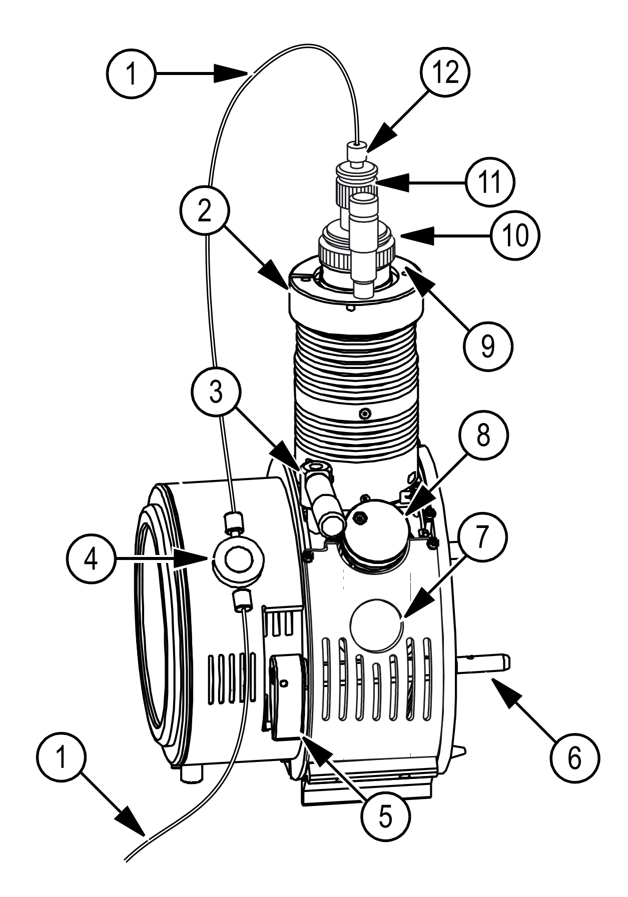


Figure 1-1 Composants de la source d'ions

Élément	Description
1	Tube échantillon
2	Tour de la sonde
3	Micromètre utilisé pour positionner la sonde sur l'axe horizontal en vue de régler la sensibilité de la source d'ions
4	Jonction de mise à la terre
5	L'un des deux loquets de la source qui la sécurisent dans le spectromètre de masse
6	Broche de guidage
7	Port de la fenêtre
8	Chauffage à turbine
9	Anneau de retenue en bronze
10	Micromètre utilisé pour positionner la sonde sur l'axe vertical en vue de régler la sensibilité de la source d'ions
11	Capuchon d'ajustement de l'électrode
12	Écrou du tube échantillon

Sondes

Les sondes TurboIonSpray et APCI fournissent un éventail de possibilités pour tester les échantillons. Choisir la sonde et la méthode les plus appropriées pour le composé dans le flux de l’échantillon.

Tableau 1-1 Caractéristiques de la source d’ions

Paramètre	Sonde TurboIonSpray®	Sonde APCI
Plage de températures de la source d’ions	Température de la sonde depuis la température ambiante à 750 °C, en fonction du débit du liquide	Température de la sonde de 50 °C à 750 °C, en fonction du débit du liquide
Chromatographie en phase liquide	Interfaces pour tout système de chromatographie en phase liquide	
Gaz nébuliseur (Gaz 1) Gaz chauffant (Gaz 2)	Voir le *Site Planning Guide* (Guide de planification du site) du spectromètre de masse.	

La sonde TurboIonSpray produit des ions par évaporation ionique. La sonde APCI vaporise l’échantillon avant de provoquer l’ionisation par ionisation chimique à pression atmosphérique. Ce processus est induit par une aiguille de décharge par effet corona quand les ions traversent le logement de la source d’ions vers la région de l’interface. Il est possible de basculer facilement entre les modes d’ionisation en changeant la sonde installée dans la source.

Le logiciel Analyst® détermine la sonde installée et permet les contrôles utilisateur correspondants. Toutes les données acquises à l’aide de la source d’ions sont identifiées par une abréviation représentant la sonde utilisée pour acquérir les données (TIS pour la sonde TurboIonSpray ; HN pour la sonde APCI).



Remarque : Les systèmes TripleTOF® 4600 et 5600/5600+ d’AB SCIEX utilisent le logiciel Analyst TF. Dans le présent guide, le logiciel Analyst TF est désigné par l’appellation « logiciel Analyst ».

Sonde TurboIonSpray

La sonde TurboIonSpray est idéalement adaptée pour les analyses LC/MS/MS. La sensibilité atteinte avec cette technique dépend à la fois du débit et de l’analyte. Lorsque le débit est élevé, l’efficacité de l’ionisation augmente parallèlement à l’augmentation de la température de la source d’ions, du fait de l’amélioration de la désolvatation, ce qui a pour effet d’améliorer la sensibilité. Les composés dont la polarité est extrêmement élevée et l’activité en surface faible affichent généralement les plus grands gains de sensibilité au fur et à mesure que la température de la source augmente. La technique du TurboIonSpray est suffisamment douce pour être utilisée avec des composés labiles comme les peptides, les protéines et les produits pharmaceutiques thermolabiles.

Lorsque le chauffage est éteint, la sonde TurboIonSpray fonctionne comme une source d’ions IonSpray™ classique. Elle fonctionne également avec des débits compris entre 5 µl/min et 3000 µl/min et elle vaporise les compositions de solvants 100 % aqueuses à 100 % organiques.

La sonde TurboIonSpray consiste en un tube d’acier inoxydable de 0,012" de diamètre extérieur (DE) et est installée à un emplacement central, avec deux chauffages à turbine placés à un angle de 45 degrés de chaque côté. Les échantillons introduits à travers la sonde TurboIonSpray

sont ionisés dans le tube, par l'application d'une haute tension (tension IonSpray), puis ils sont nébulisés par un souffle d'azote UHP (pureté ultra élevée) sec et chaud ou d'air zéro en provenance des chauffages à turbine, ce qui a pour effet de créer un brouillard de petites gouttelettes hautement chargées. La combinaison de l'effluent IonSpray et du gaz sec chauffé du turbo-nébuliseur est projetée à un angle de 90 degrés par rapport au parcours des ions. Voir Principes de fonctionnement, page 51.

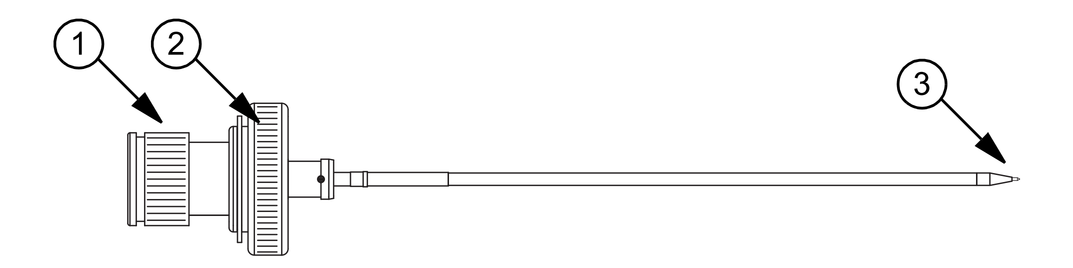


Figure 1-2 Pièces de la sonde TurboIonSpray®

Élément	Description
1	Capuchon d'ajustement de l'électrode (collier noir) qui règle l'extension de la pointe de l'électrode
2	Anneau de retenue en bronze qui fixe la sonde à sa tour dans le logement de la source d'ions
3	Pointe de l'électrode à travers laquelle les échantillons sont pulvérisés dans la zone d'introduction de l'échantillon de la source d'ions

sonde APCI

La sonde APCI convient pour :

- L'ionisation de composés qui ne forment pas aisément des ions dans une solution. Il s'agit généralement de composés non polaires.
- La création d'un spectre simple APCI pour des expériences MS/MS
- Les analyses à haut débit d'échantillons complexes et impurs. Ces analyses sont moins sensibles aux effets de suppression d'ions.
- Introduction rapide de l'échantillon par une injection en flux avec ou sans colonne LC.

La sonde APCI peut accepter l'ensemble des effluents, sans partage, à des débits compris entre 50 µl/min et 3000 µl/min (avec une colonne à gros diamètre). Elle peut vaporiser les composés volatils et labiles avec une décomposition thermique minimale. La désolvatation et la vaporisation rapides des gouttelettes et de l'analyte minimisent la décomposition thermique et préservent l'identité moléculaire pour l'ionisation par l'aiguille de décharge par effet corona. Les tampons sont facilement tolérés par la source d'ions sans contamination importante et la

vaporisation instantanée de l'effluent pulvérisé permet d'utiliser jusqu'à 100 % d'eau sans difficulté.

La sonde APCI consiste en un tube d'acier inoxydable de 100 µm (0,004") de diamètre intérieur (DI), entouré d'un flux de gaz nébuliseur (Gaz 1). Le flux de l'échantillon liquide est pompé à travers le pulvérisateur, où il est nébulisé dans un tube en céramique contenant un chauffage. La paroi interne du tube en céramique peut être maintenue à une température de 100 °C à 750 ° C et est contrôlée par le capteur intégré dans le chauffage.

Un jet à haute vitesse de gaz nébuliseur circule autour de la pointe de l'électrode pour disperser l'échantillon en un brouillard de fines particules. Il se déplace à travers le chauffage de vaporisation en céramique dans la région de réaction de la source d'ions, au-delà de l'aiguille de décharge par effet corona où les molécules de l'échantillon sont ionisées quand elles traversent le logement de la source d'ions. Voir Principes de fonctionnement, page 51.





AVERTISSEMENT !Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : s'assurer que la pointe de l'électrode s'étend au-delà de la pointe de la sonde afin d'éviter que des vapeurs nocives ne s'échappent de la source d'ions.

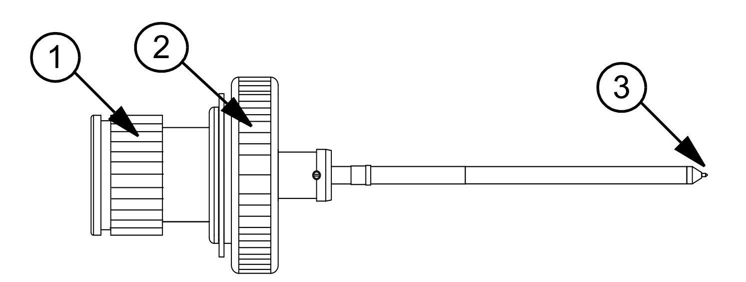


Figure 1-3 Pièces de la sonde APCI

Élément	Description
1	Capuchon d'ajustement de l'électrode (collier noir) qui règle l'extension de la pointe de l'électrode
2	Anneau de retenue en bronze qui fixe la sonde à sa tour dans le logement de la source d'ions
3	Pointe de l'électrode à travers laquelle les échantillons sont pulvérisés dans la zone d'introduction de l'échantillon de la source d'ions

Connexions du gaz et électriques

Les raccordements de gaz et les connexions électriques haute tension entrent par la plaque frontale de l'interface et sont raccordés en interne à travers le logement de la source d'ions. Lorsque la source d'ions est installée sur le spectromètre de masse, tous les raccordements électriques et de gaz doivent être en place.

Loquet de la source d'ions

Un loquet désactive l'alimentation haute tension du spectromètre de masse et le système d'évacuation de la source si :

- Le logement de la source d'ions n'est pas installé ou est mal installé.
- Une sonde n'est pas installée.
- Le spectromètre de masse détecte une anomalie au niveau du gaz.

Système d'évacuation de la source





AVERTISSEMENT !Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : veiller à utiliser le système d'évacuation de la source afin d'éliminer en toute sécurité les vapeurs dégagées par l'échantillon dans l'environnement du laboratoire. Pour connaître les critères requis pour le système d'évacuation de la source, se reporter au *Site Planning Guide* **(Guide de planification du site) du spectromètre de masse utilisé.**

Toutes les sources d'ions produisent des vapeurs d'échantillon et de solvant. Ces vapeurs représentent un danger potentiel pour l'environnement du laboratoire. Le système d'évacuation de la source est conçu pour éliminer en toute sécurité et gérer correctement les vapeurs d'échantillon et de solvant. Lorsque la source d'ions est installée, le spectromètre de masse ne fonctionne que si le système d'évacuation de la source fonctionne.

Un capteur de dépression monté dans le circuit d'évacuation de la source mesure la dépression dans la source. Si la dépression dans la source est supérieure au point de consigne alors que les sondes sont installées, le système passe en mode d'évacuation par défaut (non prêt).

Un système d'évacuation en activité élimine les résidus de la source d'ions (gaz, solvant, vapeur d'échantillon) par une sortie de vidange sans provoquer de bruit chimique. La sortie de vidange est raccordée à une bouteille de vidange par le biais d'une chambre de vidange et d'une pompe d'évacuation de la source, et de là à un système de ventilation d'évacuation fourni par le client. Pour plus d'informations sur les critères requis du système d'évacuation de la source, se reporter au *Site Planning Guide* (Guide de planification du site) du spectromètre de masse.





AVERTISSEMENT !Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : ventiler le système d'évacuation de la source vers une hotte ou une bouche d'aération externe afin d'éviter la diffusion de vapeurs nocives dans l'environnement du laboratoire.

Installation de la source d'ions

2

La source d'ions est connectée à l'interface de dépression et est maintenue en place par deux loquets. L'intérieur de la source d'ions est visible à travers les fenêtres en verre trempé situées sur le côté et à l'extrémité de la source d'ions.



AVERTISSEMENT !Risque d'électrocution : installer la source d'ions sur le spectromètre de masse à la fin de cette procédure. Une haute tension est présente lorsque la source d'ions est installée sur l'équipement.

Installer la source d'ions

Matériel requis
• Ensemble du logement de la source d'ions • Sondes • Kit du matériel de la source d'ions



Conseil !Ne pas jeter l'emballage vide. Le garder pour ranger la source d'ions quand elle n'est pas utilisée.

Préparer l'installation





AVERTISSEMENT !Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : s'assurer que la pointe de l'électrode s'étend au-delà de la pointe de la sonde afin d'éviter que des vapeurs nocives ne s'échappent de la source d'ions.

- Régler le capuchon d'ajustement de l'électrode noire sur la sonde pour déplacer la pointe de l'électrode à l'intérieur du tube électrode. Pour garantir une stabilité des performances optimales, la pointe de l'électrode doit s'étendre sur 0,5 mm à 1,0 mm après l'extrémité de la sonde.

Installer la sonde

La sonde n'est pas préinstallée dans la source d'ions. Installer la sonde dans la source d'ions avant d'installer la source d'ions. Toujours enlever la source d'ions du spectromètre de masse avant d'échanger les sondes. Voir Retirer la source d'ions, page 27.

Quand la source d'ions est installée, le spectromètre de masse la reconnaît et affiche son identifiant dans le logiciel Analyst®.

Si la sonde n'est pas correctement installée dans la source d'ions, l'alimentation haute tension du spectromètre de masse et du système d'évacuation de la source est alors désactivée.



AVERTISSEMENT !Risque d'électrocution : s'assurer que le logement de la source d'ions est complètement déconnecté du spectromètre de masse avant de continuer.

Attention :Dommage potentiel sur l'équipement : éviter tout contact de la pointe saillante de l'électrode avec la moindre partie du logement de la source d'ions pour éviter d'endommager la sonde.

1. Insérer la sonde dans la tour. Aligner l'orifice de la sonde sur la broche d'alignement qui se trouve sur le dessus de la source d'ions. Voir figure 2-1, page 13.
2. Appuyer délicatement sur la sonde de façon à ce que les contacts s'engagent avec ceux de la tour.
3. Tourner l'anneau de retenue en bronze sur la sonde, appuyer dessus pour engager son filetage dans celui de la tour, puis bien resserrer l'anneau avec les doigts.

   Attention :Dommage potentiel sur l'équipement : s'assurer que la pointe de l'aiguille de décharge par effet corona est loin de l'ouverture lors de l'utilisation de la sonde TurboIonSpray.

4. Vérifier que la pointe de l'aiguille de décharge par effet corona de la sonde APCI est orientée vers l'ouverture.

Installer la source d'ions sur le spectromètre de masse



AVERTISSEMENT !Risque d'électrocution : lors de l'installation de la source d'ions, installer la sonde avant d'installer la source d'ions sur le spectromètre de masse.

Si la source d'ions n'est pas correctement installée, l'alimentation haute tension n'est alors pas disponible.

1. S'assurer que les loquets de la source qui se trouvent de chaque côté de la source d'ions sont à 12 h.
2. Aligner la source d'ions sur l'interface de dépression, en veillant à ce que les loquets de la source d'ions soient alignés sur les connecteurs de l'interface de dépression.
3. Appuyer délicatement la source d'ions contre l'interface de dépression, puis tourner complètement les loquets de la source d'ions vers le bas de manière à verrouiller la source d'ions en position (position verrouillée à 6h30). Voir figure 2-1, page 13.

Connecter le tube échantillon

Si la source d'ions Turbo V™ est utilisée sur un système TripleTOF® 4600 ou 5600/5600+ d'AB SCIEX avec le CDS fourni en option, suivre les instructions décrites dans le *Guide de l'opérateur du CDS* pour installer le CDS et connecter les tubulures et les câbles.



AVERTISSEMENT !Risque d'électrocution : ne pas négliger la connexion de la jonction de mise à la terre. La jonction de mise à la terre assure la sécurité entre le spectromètre de masse et le dispositif d'introduction de l'échantillon.





AVERTISSEMENT !Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : s'assurer que l'écrou du tube échantillon est correctement serré avant d'utiliser cet équipement. Si l'écrou du tube échantillon n'est pas bien resserré, l'échantillon peut fuir, entraînant alors un risque d'exposition à des produits chimiques dangereux.

1. Connecter le tube PEEK rouge du dispositif d'alimentation de l'échantillon à la jonction de mise à la terre sur la source d'ions.
2. Insérer un morceau de tube PEEK rouge de 30 cm dans l'écrou du tube échantillon.
3. Installer l'écrou du tube échantillon sur le raccord situé au-dessus de la sonde, puis bien resserrer l'écrou du tube échantillon avec les doigts.

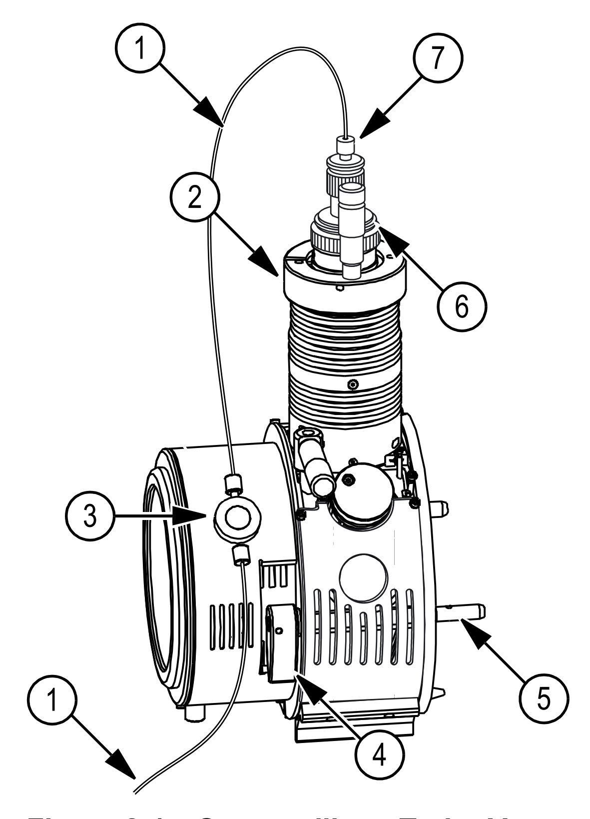


Figure 2-1 Source d'ions Turbo V

Élément	Description
1	Tube échantillon
2	Tour de la sonde
3	Jonction de mise à la terre
4	Loquet de la source
5	Broche de guidage
6	Anneau de retenue en bronze
7	Écrou du tube échantillon

4. Connecter l’autre extrémité de la tubulure PEEK rouge à la jonction de mise à la terre.

Optimisation de la source d'ions 3

Optimiser la source d'ions chaque fois que l'analyte, son débit ou la composition de la phase mobile change.

Plusieurs paramètres influent sur les performances de la sonde. Optimiser les performances tout en injectant un composé connu et surveiller le signal de l'ion reconnu. Régler le micromètre, les paramètres du gaz et de la tension pour optimiser le rapport signal-bruit et la stabilité du signal. Voir Paramètres de la source et tensions, page 63.





AVERTISSEMENT !Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : utiliser la source d'ions seulement si vous avez les qualifications et la formation appropriées et si vous connaissez les règles de confinement et d'évacuation des matériaux toxiques ou nuisibles utilisés avec la source d'ions. Toute substance toxique ou nocive introduite dans cet équipement sera présente dans la source d'ions et sa sortie d'évacuation.

Introduction de l'échantillon

Méthode

Le flux d'échantillon liquide est pompé vers la source d'ions par une pompe LC ou par une pompe à seringue. S'il est introduit par une pompe LC, l'échantillon peut être directement injecté dans la phase mobile en utilisant l'analyse FIA (Flow Injection Analysis, analyse de l'injection du flux), par perfusion en T ou à travers une colonne de séparation (LC/MS) avec un injecteur à boucle ou un auto-échantillonneur. S'il est introduit par une pompe à seringue, l'échantillon est injecté directement dans la source d'ions. L'optimisation de la perfusion peut être utilisée pour l'optimisation de la trajectoire des ions et la sélection fragmentaire MS/MS.

Débit

Les débits d'échantillon sont déterminés par le système de chromatographie ou par le volume de l'échantillon disponible.

Conditions d'entrée des échantillons

L'entrée des échantillons transfère l'échantillon liquide vers l'entrée de la source d'ions sans perte et avec un volume inerte minimal. Utiliser les procédures et les pratiques analytiques appropriées pour réduire au minimum les volumes inertes.

Préfiltrer les échantillons de sorte que les tubes capillaires de l'échantillon en entrée ne soient pas bloqués par des particules, des précipités d'échantillons et des sels.

S'assurer que toutes les connexions sont suffisamment ajustées pour empêcher les fuites. Ne pas trop serrer.

Optimiser la sonde TurboIonSpray




AVERTISSEMENT !Risques d’irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : s’assurer que le laboratoire est équipé d’un système de ventilation approprié. Une ventilation adéquate dans le laboratoire est indispensable pour un fonctionnement sûr du spectromètre de masse.



Attention :Dommage potentiel sur l’équipement : si le système LC connecté au spectromètre de masse n’est pas contrôlé par le logiciel d’analyse, ne pas laisser le spectromètre sans surveillance pendant son fonctionnement. Le système LC peut déborder la source d’ions quand le spectromètre de masse bascule en mode de veille.

Plusieurs paramètres affectent les performances de la sonde TurboIonSpray®. Optimiser les performances tout en injectant un composé connu et surveiller le signal de l’ion reconnu. Ajuster les paramètres de manière à optimiser le rapport signal/bruit et la stabilité du signal.



Remarque : Pour maintenir l’instrument propre et garantir son fonctionnement optimal, ajuster la position de la sonde lors de la modification du débit. Voir tableau 3-1.



Conseil !Il est plus facile d’optimiser le signal et le rapport signal/bruit avec l’analyse FIA ou des injections sur-colonne.

Tableau 3-1 Optimisation des paramètres de la sonde TurboIonSpray

Paramètres	Débit LC			Plage de fonctionnement
	5 µl/min à 50 µl/min	200 µl/min	1000 µl/min	5 µl/min à 3000 µl/min
Débit LC	5 µl/min à 50 µl/min	200 µl/min	1000 µl/min	5 µl/min à 3000 µl/min
Gaz 1 (gaz nébuliseur)	20 psi à 40 psi	40 psi à 60 psi	40 psi à 60 psi	0 psi à 90 psi
Gaz 2 (gaz chauffant)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi à 90 psi
Source Curtain Gas™	20 psi	20 psi	20 psi	20 à 50 psi
Température*	0 °C à 200 °C	200 °C à 650 °C	400 °C à 750 °C	Jusqu’à 750 °C
Probe vertical micrometer setting (Réglage du micromètre vertical de la sonde)	7 à 10	2 à 5	0 à 2	0 à 13

Tableau 3-1 Optimisation des paramètres de la sonde TurboIonSpray (Suite)

Paramètres	Débit LC			Plage de fonctionnement
	5 µl/min à 50 µl/min	200 µl/min	1000 µl/min	5 µl/min à 3000 µl/min
Probe horizontal micrometer setting (Réglage du micromètre horizontal de la sonde)	4 à 6	4 à 6	4 à 6	0 à 10
*Le réglage du micromètre horizontal optimal par rapport au centre de l'ouverture de la plaque rideau correspond à une distance de 1 mm de l'un ou l'autre côté de l'ouverture. **Conseil p**: plus le réglage du micromètre est élevé, plus la sonde est proche de l'ouverture. * Les valeurs de température optimales dépendent du composé et de la composition de la phase mobile (un contenu hautement aqueux exige une température supérieure). La valeur zéro (0) signifie qu'aucune température n'est appliquée.				

Débit et température

La quantité et le type de l'échantillon ont une incidence sur la température TIS optimale. À un débit élevé, la température optimale augmente. La composition du solvant est un facteur plus significatif. À mesure que la teneur en matière organique du solvant augmente, la température optimale de la sonde doit diminuer.

La sonde TIS est utilisée normalement avec des débits d'échantillon compris entre 40 et 1000 µl/min. La chaleur est utilisée pour augmenter la vitesse d'évaporation, ce qui améliore l'efficacité de l'ionisation et augmente la sensibilité. Les débits de solvant hautement organique extrêmement faibles n'exigent généralement pas de température. Voir tableau 3-2.

Tableau 3-2 Températures initiales recommandées

Débit (µl/min)	Température (°C)
1 à 20	0 à 100
20 à 100	150 à 350
100 à 300	300 à 400
300 à 1000	400 à 500

Configurer le système

1. Configurer la pompe HPLC de sorte qu'elle distribue la phase mobile au débit requis.
2. Raccorder la jonction de mise à la terre de la source d'ions à une pompe, par le biais d'un injecteur équipé d'une boucle de 5 µl ou à auto-échantillonneur.
3. En cas d'utilisation d'un auto-échantillonneur, configurer ce dernier pour l'exécution d'injections multiples.

Exécuter la méthode

1. Dans le logiciel Analyst®, en mode **Tune and Calibrate** (Réglage et calibrage), double-cliquer sur **Manual Tuning** (Réglage manuel).
2. Ouvrir une méthode optimisée précédemment ou créer une méthode sur la base des composés.
3. Si la source d'ions a eu le temps de refroidir, procéder alors comme suit :
   i. Régler le paramètre **Temperature (TEM) (Température (TEM))** sur **450**.
   ii. Laisser la source d'ions chauffer pendant 30 minutes au maximum.

   La phase de réchauffement de 30 minutes évite la condensation des vapeurs de solvant dans une sonde froide.
4. Démarrer l'acquisition.
5. Lancer la circulation et l'injection de l'échantillon.

Définir les conditions de démarrage

1. Dans l'onglet **Source/Gas** (Source/Gaz) du **Tune Method Editor**(Éditeur de réglage de méthode), saisir une valeur de départ pour le **gaz 1 de la source d'ions (GS1)**.

   Pour les pompes LC, utiliser une valeur comprise entre 40 et 60 pour GS1.
2. Saisir une valeur de départ pour le **gaz 2 de la source d'ions (GS2)**.

   Pour les pompes LC, utiliser une valeur comprise entre 30 et 50 pour GS2.



Remarque : Le gaz 2 est utilisé avec les débits élevés typiques avec un système LC et conjointement avec l'augmentation de la température.

3. Taper **4500** dans le champ **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** (Tension flottante IonSpray) ou **IonSpray Voltage (IS)** (Tension IonSpray).
4. Dans le champ **Curtain Gas (CUR)**, saisir la valeur appropriée pour le spectromètre de masse. Voir tableau 3-3.

Tableau 3-3 Valeurs des paramètres pour Curtain Gas™

Spectromètre de masse	Valeurs de départ
Séries 3200, 4000 et 4500	20
Séries 5000 et 5500	25
Série 6500	30
Séries 4600 et 5600/5600+	20 à 25, selon le débit

Optimiser la position de la sonde TurboIonSpray

À faibles débits, la sonde peut être ajustée sur la position la plus basse de son axe Y. À débits élevés, positionner la sonde plus haut que l'ouverture. L'ouverture de la plaque rideau doit rester à tout moment exempte de solvant ou de gouttelettes de solvant.

1. Regarder à travers la fenêtre du logement de la source d'ions pour afficher la position de la sonde.

2. Utiliser les réglages du micromètre sur les axes horizontal et vertical précédents ou les régler sur 5 comme position de départ initiale.
3. Surveiller le signal dans le logiciel.
4. Utiliser le micromètre de l'axe horizontal pour régler la position de la sonde par petits incréments afin d'obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.

   La sonde peut être optimisée légèrement de l'un ou l'autre côté de l'ouverture.



Conseil ! Il est plus facile d'optimiser le signal et le rapport signal/bruit avec l'analyse FIA ou des injections sur-colonne.

5. Utiliser le micromètre de l'axe vertical pour régler la position de la sonde par petits incréments afin d'obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.



Remarque : La position verticale de la sonde dépend du débit. Lorsque le débit est faible, la sonde doit être plus près de l'ouverture. À débits élevés, la sonde doit être placée plus loin.





AVERTISSEMENT ! Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : s'assurer que l'électrode ressort au-delà de la pointe de la sonde afin d'éviter que des vapeurs nocives ne s'échappent de la source. L'électrode ne doit pas être encastrée dans la sonde.

6. Régler le capuchon d'ajustement de l'électrode noire sur la sonde pour déplacer la pointe de l'électrode par rapport au tube pulvérisateur. L'extension optimale de l'électrode depuis le tube pulvérisateur est généralement comprise entre 0,5 mm et 1,0 mm.

   Après l'optimisation de la sonde, il convient d'effectuer quelques réglages mineurs.

Optimiser les paramètres de la source/du gaz

Optimiser le gaz nébuliseur (Gaz 1) de façon à obtenir la meilleure sensibilité et la meilleure stabilité du signal possibles. Le gaz chauffant (Gaz 2) aide à l'évaporation des solvants, ce qui contribue à renforcer l'ionisation de l'échantillon. Toutefois, une température trop élevée peut entraîner la vaporisation prématurée du solvant au niveau de la pointe de la sonde TurboIonSpray, en particulier si cette dernière se trouve trop bas, ce qui occasionne une instabilité du signal et un bruit de fond chimique important. De même, un flux de gaz trop chaud pourrait produire un signal bruyant ou instable.

1. Régler les valeurs **GS1** et **GS2** par incréments de 5 pour obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.
2. Augmenter la valeur **CUR** jusqu'à ce que le signal commence à diminuer.



Remarque : Pour éviter toute contamination, utiliser la valeur CUR la plus élevée possible sans pour autant sacrifier la sensibilité. Ne pas régler la valeur CUR en dessous de 20.

3. Régler les valeurs **IS** ou **ISVF** par incréments de 500 V pour optimiser le rapport signal/bruit.



Remarque : Si la valeur ISVF est trop élevée, une décharge par effet corona peut se produire. Celle-ci sera visible sous forme d’une lumière bleue à la pointe de la sonde TurboIonSpray. Il en résultera une dégradation de la sensibilité et de la stabilité du signal ionique.

Optimiser la température du chauffage à turbine (Turbo Heater)

La température optimale du chauffage à turbine est dépendante des composés, du débit et de la composition de la phase mobile. Plus le débit et la phase aqueuse sont élevés, plus la température est optimisée.

Lors de l’optimisation de la température de la source, s’assurer que la source d’ions s’équilibre au nouveau réglage de la température.

- Ajuster la valeur **TEM** par incréments de 50 °C à 100 °C de manière à obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.

Conseils d’optimisation

- Utiliser la plus haute température possible lors de l’optimisation des composés. Une température de 700 °C est courante pour de nombreux composés. Des températures élevées contribuent à maintenir une source d’ions propre et à réduire le bruit de fond.
- Utiliser le débit le plus grand du Curtain Gas (CUR) sans diminuer le signal. Cela permet de :
    - Éviter l’incursion du flux Curtain Gas, qui peut déclencher un signal bruyant
    - Éviter la contamination de l’ouverture
    - Augmenter globalement le rapport signal/bruit
- Diriger le liquide de pulvérisation de la sonde TurboIonSpray de manière à l’éloigner de l’ouverture pour :
    - Éviter la contamination de l’ouverture
    - Éviter la perforation du flux Curtain Gas, qui peut créer un signal instable
    - Éviter un court-circuit électrique dû à la présence de liquide
- Utiliser la plus faible tension IonSpray possible sans perte du signal Se concentrer sur le rapport signal/bruit et pas seulement sur le signal

Optimiser la sonde APCI

Attention :Dommage potentiel sur l’équipement : si le système LC connecté au spectromètre de masse n’est pas contrôlé par le logiciel d’analyse, ne pas laisser le

spectromètre sans surveillance pendant son fonctionnement. Le système LC peut déborder la source d’ions quand le spectromètre de masse bascule en mode de veille.

Plusieurs paramètres influent sur les performances de la sonde APCI. Optimiser les performances tout en injectant un composé connu et en surveillant le signal de l’ion reconnu. Ajuster les paramètres de manière à optimiser le rapport signal/bruit.



Conseil !Il est plus facile d’optimiser le signal et le rapport signal/bruit avec l’analyse FIA ou des injections sur-colonne.

Tableau 3-4 Paramètre d’optimisation de la sonde APCI

Paramètre	Valeur nominale	Plage de fonctionnement
Débit LC	1000 µl/min	200 µl/min à 2000 µl/min
Gaz 2	30 psi	0 psi à 90 psi
Source Curtain Gas™	20 psi	20 psi à 50 psi
Température*	400 °C	100 ºC à 750 ºC
Électro-nébuliseur	Positif : 3 Négatif : -3	Positif : 0 à 5 Négatifs : -5 à 0
Réglage du micromètre vertical	4	0 à 13
* La valeur de température dépend du composé		

Configurer le système

1. Configurer la pompe HPLC de sorte qu’elle distribue la phase mobile au débit requis.
2. Raccorder la jonction de mise à la terre de la source d’ions à une pompe, par le biais d’un injecteur équipé d’une boucle de 5 µl ou à auto-échantillonneur.
3. En cas d’utilisation d’un auto-échantillonneur, configurer ce dernier pour l’exécution d’injections multiples.

Exécuter la méthode

1. Dans le logiciel Analyst®, en mode **Tune and Calibrate** (Réglage et calibrage), double-cliquer sur **Manual Tuning** (Réglage manuel).
2. Ouvrir une méthode optimisée précédemment ou créer une méthode sur la base des composés.
3. Si la source d’ions a eu le temps de refroidir, procéder alors comme suit :
   i. Régler le paramètre **Temperature (TEM) (Température (TEM))** sur **450**.
   ii. Laisser la source d’ions chauffer pendant 30 minutes au maximum.

   La phase de réchauffement de 30 minutes évite la condensation des vapeurs de solvant dans une sonde froide.
4. Démarrer l’acquisition.
5. Lancer la circulation et l’injection de l’échantillon.

Définir les conditions de démarrage

1. Dans l'onglet **Source/Gas** (Source/Gaz) du **Tune Method Editor** (Éditeur de réglage de méthode), taper **0** dans le champ **Ion Source Gas 1** (**GS1**) (Gaz 1 de la source d'ions (GS1)).



Remarque : La valeur du paramètre GS1, qui est utilisé par la sonde TurboIonSpray, peut affecter les performances de la sonde APCI. Régler la valeur du paramètre GS1 comme requis pour obtenir des performances optimales.

2. Taper **20** dans le champ **Ion Source Gas 2** (**GS2**) (Gaz 2 de la source d'ions).



Remarque : Le gaz 2 est utilisé comme gaz nébuliseur pour la sonde APCI.

3. Taper **20** dans le champ **Curtain Gas (CUR)**.
4. Taper **4500** dans le champ **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** (Tension flottante IonSpray) ou **IonSpray Voltage (IS)** (Tension IonSpray).

Optimiser les paramètres Gas 1 (Gaz 1), Gas 2 (Gaz 2) et Curtain Gas Flow (Flux Curtain Gas).

1. Régler les valeurs **GS1** et **GS2** par incréments de 5 de manière à obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.
2. Augmenter la valeur **CUR** jusqu'à ce que le signal commence à diminuer.



Remarque : Pour éviter toute contamination, utiliser la valeur CUR la plus élevée possible sans pour autant sacrifier la sensibilité. Ne pas régler la valeur CUR en dessous de 20.

Régler la position de l'aiguille de décharge par effet corona

Lors de l'utilisation de la sonde APCI, s'assurer que l'aiguille de décharge par effet corona est orientée vers l'ouverture.

Matériel requis
• Tournevis plat



AVERTISSEMENT !Risque d'électrocution : suivre cette procédure pour éviter tout contact avec les hautes tensions appliquées sur l'aiguille de décharge par effet corona et la plaque rideau.

1. Utiliser un tournevis plat pour tourner la vis en plastique sur le dessus de l'aiguille.
2. Regarder à travers la fenêtre en verre pour s'assurer que l'aiguille est alignée sur la pointe en face de l'ouverture.

Optimiser la position de la sonde APCI

S'assurer que l'ouverture de la plaque rideau reste exempte à tout moment de solvant ou de gouttelettes de solvant.

La position de la buse du pulvérisateur affecte la sensibilité et la stabilité du signal. Régler la sensibilité de la sonde par petits incréments seulement. Lorsque le débit est faible, placer la sonde plus près de l'ouverture. À débits élevés, éloigner la sonde de l'ouverture.

1. Utiliser les réglages du micromètre sur les axes horizontal et vertical précédents ou les régler sur 5 comme position de départ initiale.
2. Surveiller le signal dans le logiciel.
3. Utiliser le micromètre de l'axe horizontal pour régler la sonde par petits incréments afin d'obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.
4. Utiliser le micromètre de l'axe vertical pour régler la sonde par petits incréments afin d'obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.



Remarque : Pour éviter la dégradation des performances du spectromètre de masse, ne pas pulvériser directement dans l'ouverture.

Après l'optimisation de la sonde, il convient d'effectuer quelques réglages mineurs. Si la sonde est retirée ou si l'analyte, le débit ou la composition du solvant change, répéter la procédure d'optimisation après l'installation.

Optimiser l'électro-nébuliseur

La source d'ions est contrôlée par le courant et non par la tension. Sélectionner le courant approprié pour la méthode d'acquisition, quelle que soit la position choisie de la source d'ions. Utiliser le bouton de réglage PEEK pour positionner l'aiguille de décharge par effet corona de sorte que la pointe de l'aiguille soit exactement orientée au centre de la sonde.

- Commencer avec la valeur 1 dans le champ **Nebulizer Current (NC)** (Électro-nébuliseur), puis augmenter cette valeur de manière à obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.

  L'électro-nébuliseur (NC) appliqué à l'aiguille de décharge par effet corona optimise généralement entre 1 µA et 5 µA en mode positif. Si aucune variation du signal n'est observée lors de l'augmentation du courant, laisser ce dernier à la valeur la plus faible garantissant le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.

Optimiser la température de la sonde APCI

La quantité et le type de solvant influent sur la température optimale de la sonde APCI. À un débit élevé, la température optimale augmente.





AVERTISSEMENT !Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : ventiler le système d'évacuation de la source vers une hotte ou une bouche d'aération externe afin d'éviter la diffusion de vapeurs nocives dans l'environnement du laboratoire.

- Ajuster la valeur **TEM** par incréments de 50 °C à 100 °C de manière à obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible.

Maintenance de la source d'ions

4

Cette section décrit les procédures de maintenance générale de la source d'ions. Pour déterminer la fréquence de nettoyage de la source d'ions ou effectuer des tâches de maintenance préventive, prendre en compte ce qui suit :

- Composés testés
- Propreté des méthodes de préparation
- Temps d'inactivité d'une sonde contenant un échantillon
- Temps d'exécution global du système

Ces facteurs peuvent affecter les performances de la source d'ions, auquel cas une maintenance est alors requise.

Vérifier que la source d'ions montée est hermétiquement raccordée au spectromètre de masse et qu'il n'y a aucune trace de fuite de gaz. Effectuer une inspection de maintenance générale pour s'assurer que le système fonctionne en toute sécurité. Nettoyer les composants de la source d'ions régulièrement pour préserver l'état de bon fonctionnement.



AVERTISSEMENT !Risque d'incendie et de toxicité chimique : tenir le méthanol à distance des flammes et des étincelles et ne l'utiliser que dans des hottes de ventilation pour fumées chimiques ou dans des armoires de sécurité. Il produit des vapeurs dangereuses en cas d'inhalation et susceptibles de provoquer un incendie.



AVERTISSEMENT !Risque de toxicité chimique : porter un équipement de protection personnelle, un masque respiratoire doté d'un filtre, des gants et des lunettes de protection afin d'éviter toute exposition de la peau et des yeux à l'acétone, au méthanol et à l'isopropanol, et ne pas ingérer ces produits chimiques.





AVERTISSEMENT !Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : en cas de déversement de produits chimiques, se reporter aux fiches de données sur la sécurité des produits pour obtenir les instructions spécifiques. N'arrêter l'écoulement ou la fuite que si cela est possible en toute sécurité. Utiliser un équipement de protection personnelle approprié et des tissus absorbants pour contenir le déversement et mettre au rebut conformément aux réglementations locales.

Attention :Dommages potentiels sur l'instrumentation : utiliser uniquement les méthodes de nettoyage recommandées pour éviter d'endommager l'équipement.

Matériel requis
• Clé plate 1/4" • Clé Allen 9/64" (clé en forme de L fournie) • Clé Allen 5 mm • Clé Allen 2,5 mm • Tournevis cruciforme • Tournevis plat • Méthanol de qualité LC-MS • Eau déionisée de qualité HPLC • Lunettes de protection • Gants non poudrés (nitrile recommandé) • Blouse de laboratoire

Nettoyage des sondes

Rincer régulièrement la source d’ions, quel que soit le type de composés échantillonnés. Pour ce faire, configurer dans le logiciel Analyst® une méthode destinée tout particulièrement à la réalisation d’une opération de rinçage.



AVERTISSEMENT !Risque de surface chaude : les surfaces de la source d’ions chauffent pendant le fonctionnement. Laisser la source d’ions refroidir pendant au moins 20 minutes avant de commencer la moindre procédure de maintenance.



AVERTISSEMENT !Risque d’incendie et de toxicité chimique : tenir le méthanol à distance des flammes et des étincelles et ne l’utiliser que dans des hottes de ventilation pour fumées chimiques ou dans des armoires de sécurité. Il produit des vapeurs dangereuses en cas d’inhalation et susceptibles de provoquer un incendie.



AVERTISSEMENT !Risque de toxicité chimique : porter un équipement de protection personnelle, un masque respiratoire doté d’un filtre, des gants et des lunettes de protection afin d’éviter toute exposition de la peau et des yeux à l’acétone, au méthanol et à l’isopropanol, et ne pas ingérer ces produits chimiques.





AVERTISSEMENT !Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : en cas de déversement de produits chimiques, se reporter aux fiches de données sur la sécurité des produits pour obtenir les instructions spécifiques. N'arrêter l'écoulement ou la fuite que si cela est possible en toute sécurité. Utiliser un équipement de protection personnelle approprié et des tissus absorbants pour contenir le déversement et mettre au rebut conformément aux réglementations locales.

1. Passer à la phase mobile qui sera composée à 50:50 d'eau et d'acétonitrile ou à 50:50 d'eau et de méthanol.
2. Dans le logiciel Analyst, procéder comme suit :
   i. Régler la **température (TEM)** entre 500 et 600.
   ii. Régler le **gaz 1 de la source d'ions (GS1)** et le **gaz 2 de la source d'ions (GS2)** sur 40 au moins.
   iii. Régler le flux **Curtain Gas (CUR)** sur la valeur la plus élevée possible.
   iv. Attendre que le point de consigne TEM soit atteint.
3. Injecter la phase mobile dans la valve d'inversion, les tubulures et chaque sonde à raison de 1 ml/min pendant 10 à 15 minutes.
4. Veiller à rincer soigneusement les deux sondes et les tubes d'échantillon.

Retirer la source d'ions

La source d'ions peut être retirée rapidement et facilement, sans outils. Toujours retirer la source d'ions du spectromètre de masse avant de la soumettre à la moindre opération de maintenance ou de changer les sondes.



AVERTISSEMENT !Risque de surface chaude : les surfaces de la source d'ions chauffent pendant le fonctionnement. Laisser la source d'ions refroidir pendant au moins 20 minutes avant de commencer la moindre procédure de maintenance.

1. Arrêter toutes les analyses électroniques en cours
2. Arrêter le flux de l'échantillon.
3. Taper **0** dans le champ **Temperature (TEM)** (Température) si les chauffages sont en cours d'utilisation.
4. Laisser la source d'ions refroidir pendant au moins 20 minutes.
5. Débrancher le tube échantillon de la jonction de mise à la terre.
6. Tourner vers le haut les deux loquets de la source d'ions afin de dégager cette dernière.
7. Éloigner délicatement la source d'ions de l'interface de dépression.
8. Placer la source d'ions dans un endroit propre et sûr.

Retirer la sonde

La sonde peut être retirée rapidement et facilement, sans outils. Toujours retirer la source d’ions du spectromètre de masse avant de changer les sondes ou d’effectuer la moindre maintenance sur la sonde.



AVERTISSEMENT !Risque de surface chaude : les surfaces de la source d’ions chauffent pendant le fonctionnement. Laisser la source d’ions refroidir pendant au moins 20 minutes avant de commencer la moindre procédure de maintenance.



AVERTISSEMENT !Risque d’électrocution : déconnecter la source d’ions du spectromètre de masse avant de commencer la moindre procédure de maintenance.

1. Retirer la source d’ions du spectromètre de masse. Voir Retirer la source d’ions.
2. Desserrer le boulon de 1/8 de pouce du tube échantillon et retirer le tube échantillon de la sonde.
3. Desserrer l’anneau de retenue en bronze qui fixe la sonde au logement de la source d’ions.
4. Tirer délicatement la sonde vers le haut de la tour. Éviter tout contact avec la pointe de la sonde pendant son retrait.
5. Mettre la sonde sur une surface propre.



Remarque :Éviter tout contact avec la pointe de la sonde pendant qu’elle est rangée.

Nettoyer le tube électrode

La configuration standard des sondes utilise un tube électrode de 100 µm (0,004") de diamètre intérieur. Nettoyer le tube électrode régulièrement ou en cas de dégradation des performances.

Cette procédure s’applique à la fois aux sondes TurboIonSpray® et APCI. Procéder de la même manière pour retirer le tube électrode en vue de son nettoyage. Si le tube électrode ne peut pas être nettoyé, suivre alors cette procédure pour le remplacer par un tube neuf. Le tube électrode est un consommable fourni avec la source d’ions.



AVERTISSEMENT !Risque d’électrocution : retirer la source d’ions du spectromètre de masse avant de commencer la moindre procédure de maintenance.



AVERTISSEMENT !Risque d’incendie et de toxicité chimique : tenir le méthanol à distance des flammes et des étincelles et ne l’utiliser que dans des hottes de ventilation pour fumées chimiques ou dans des armoires de sécurité. Il produit des vapeurs dangereuses en cas d’inhalation et susceptibles de provoquer un incendie.



AVERTISSEMENT !Risque de toxicité chimique : porter un équipement de protection personnelle, un masque respiratoire doté d’un filtre, des gants et des lunettes de protection afin d’éviter toute exposition de la peau et des yeux à l’acétone, au méthanol et à l’isopropanol, et ne pas ingérer ces produits chimiques.



AVERTISSEMENT !Risque de perforations : manipuler le tube électrode avec précautions. Sa pointe est extrêmement coupante.





AVERTISSEMENT !Risques d’irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : en cas de déversement de produits chimiques, se reporter aux fiches de données sur la sécurité des produits pour obtenir les instructions spécifiques. N’arrêter l’écoulement ou la fuite que si cela est possible en toute sécurité. Utiliser un équipement de protection personnelle approprié et des tissus absorbants pour contenir le déversement et mettre au rebut conformément aux réglementations locales.

1. Retirer la source d’ions du spectromètre de masse. Voir Retirer la source d’ions, page 27.
2. Retirer la sonde de la source d’ions. Voir Retirer la sonde, page 28.
3. Retirer le capuchon d’ajustement de l’électrode.
4. Tout en maintenant la sonde pointe vers le bas, de sorte que le ressort reste à l’intérieur de la sonde, retirer le tube électrode. Voir figure 4-1.

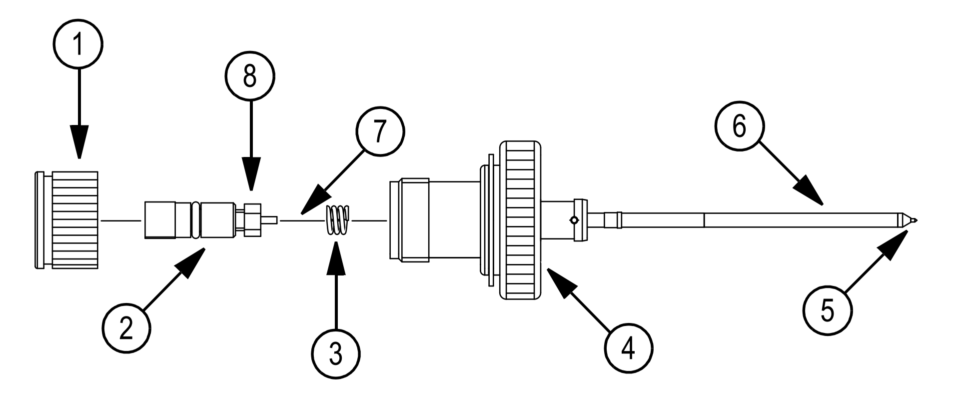


Figure 4-1 Sonde - vue agrandie

Élément	Description
1	Capuchon d’ajustement de l’électrode
2	Jonction PEEK
3	Ressort
4	Anneau de retenue en bronze
5	Pointe de l’électrode

Figure 4-1 Sonde - vue agrandie

Élément	Description
6	Tube pulvérisateur
7	Tube électrode
8	Écrou de retenue de 1/4"

5. Tirer la jonction PEEK et le tube électrode fixé à la sonde. Voir figure 4-1.
6. Utiliser la clé plate de 1/4" pour retirer l'écrou de retenue fixant le tube électrode à la jonction PEEK.
7. Retirer le tube électrode de l'écrou de retenue.
8. Nettoyer le tube électrode avec une solution à 50:50 de méthanol et d'eau, en faisant circuler la solution dans le tube électrode ou en trempant ce dernier dans un bain à ultrasons.

Assembler les composants de la sonde

Quand le tube électrode est propre ou remplacé par un tube neuf, assembler les composants de la sonde.



AVERTISSEMENT !Risque de perforations : manipuler le tube électrode avec précautions. Sa pointe est extrêmement coupante.

1. Insérer le tube électrode dans l'écrou de retenue, puis dans la jonction PEEK.

   S'assurer que le tube d'électrode est inséré aussi loin que possible dans la connexion PEEK. S'il y a un vide entre le tube électrode et son logement dans le raccord de la jonction, un volume d'échantillon inerte risque de se produire.
2. Resserrer l'écrou de retenue.

   Ne pas croiser le filetage ni trop resserrer l'écrou de retenue sous peine d'entraîner une fuite du tube.
3. Aligner le tube électrode sur l'ouverture étroite du tube pulvérisateur, puis insérer le raccord de la jonction PEEK et le tube électrode connecté dans la sonde. Veiller à ne pas tordre le tube électrode.
4. S'assurer que le ressort est toujours à l'intérieur de la sonde, puis serrer le capuchon d'ajustement de l'électrode.
5. Insérer la sonde dans la tour en évitant tout contact de la pointe de la sonde avec une quelconque partie du logement de la source d'ions.
6. Pousser vers le bas l'anneau de retenue en bronze pour engager son filetage sur celui du logement de la source d'ions, puis serrer l'anneau.
7. Fileter la ligne d'entrée de l'échantillon avec la bague de serrage dans le raccord de la jonction PEEK situé au-dessus de la sonde.
8. Serrer l'écrou du tube échantillon avec les doigts.

9. Installer la source d'ions sur le spectromètre de masse. Voir Installer la source d'ions, page 11.
10. Régler la pointe de l'électrode conformément aux caractéristiques. Voir Régler l'extension de la pointe de l'électrode, page 31.

Régler l'extension de la pointe de l'électrode

Régler l'extension de la pointe de l'électrode pour des performances optimales. Le réglage optimal dépend des composés. La distance sur laquelle s'étend la pointe de l'électrode affecte la forme du cône de pulvérisation, forme qui à son tour a une incidence sur la sensibilité du spectromètre de masse.





AVERTISSEMENT !Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : s'assurer que la pointe de l'électrode s'étend au-delà de la pointe de la sonde afin d'éviter que des vapeurs nocives ne s'échappent de la source d'ions.

AVERTISSEMENT !Risque de perforations : manipuler le tube électrode avec précautions. Sa pointe est extrêmement coupante.

- Régler le capuchon d'ajustement de l'électrode noire sur le dessus de la sonde de manière à étendre ou rétracter la pointe de l'électrode. La pointe de l'électrode devrait s'étendre sur une distance de 0,5 à 1,0 mm par rapport à l'extrémité de la sonde, comme illustré dans figure 4-2.

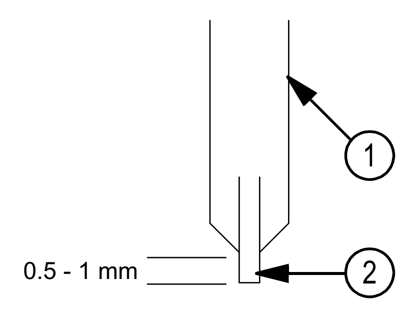


Figure 4-2 Réglage de l'extension de la pointe de l'électrode

Élément	Description
1	Sonde
2	Électrode

Remplacer l'aiguille de décharge par effet corona

Remplacer la pointe de l'aiguille de décharge par effet corona si elle est usée.



AVERTISSEMENT !Risque de surface chaude : les surfaces de la source d’ions chauffent pendant le fonctionnement. Laisser la source d’ions refroidir pendant au moins 20 minutes avant de commencer la moindre procédure de maintenance.



AVERTISSEMENT !Risque d’électrocution : retirer la source d’ions du spectromètre de masse avant de commencer la moindre procédure de maintenance.



AVERTISSEMENT !Risque de perforation : manipuler l’aiguille avec soin. L’extrémité de l’aiguille est extrêmement acérée.

1. Retirer la source d’ions et la sonde du spectromètre de masse et se reporter à Retirer la source d’ions, page 27 et à Retirer la sonde, page 28.
2. Faire pivoter la source d’ions de sorte que le côté ouvert soit accessible.

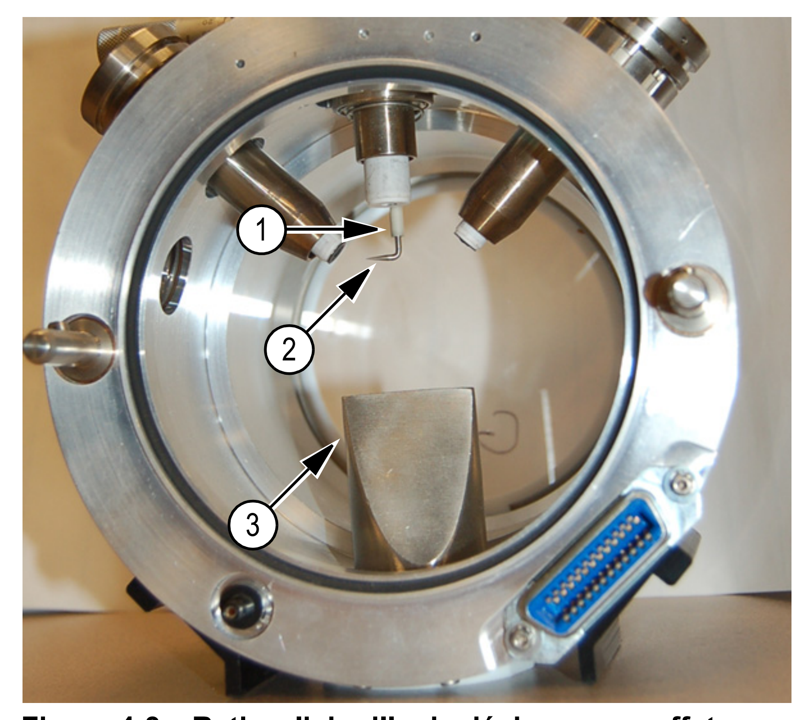


Figure 4-3 Retirer l’aiguille de décharge par effet corona.

Élément	Description
1	Manchon en céramique
2	Aiguille de décharge par effet corona
3	Cheminée d’évacuation

3. Tout en tenant la pointe de l’aiguille de décharge par effet corona entre le pouce et l’index d’une main et l’aiguille de décharge par effet corona avec l’autre main,

tourner la pointe de l’aiguille de décharge par effet corona dans le sens contraire des aiguilles d’une montre afin de desserrer et de retirer délicatement la pointe.

4. Tirer doucement sur l’aiguille de décharge par effet corona vers le bas à travers la cheminée d’évacuation pour l’enlever.
5. Insérer la nouvelle aiguille dans la cheminée d’évacuation dans le manchon en céramique aussi loin que possible.
6. Tout en tenant une pointe neuve entre le pouce et l’index d’une main et l’aiguille de décharge par effet corona avec l’autre main, tourner la pointe de l’aiguille de décharge par effet corona dans le sens des aiguilles d’une montre afin de mettre en place la pointe.
7. Insérer la sonde, puis installer la source d’ions sur le spectromètre de masse. Voir Installation de la source d’ions, page 11.

Remplacer le tube échantillon

Suivre la procédure décrite ci-dessous pour remplacer le tube échantillon en cas d’obstruction.

1. Arrêter le flux de l’échantillon et vérifier que tout gaz résiduel a été éliminé à travers le système d’évacuation de la source. Voir Retirer la source d’ions, page 27.
2. Déconnecter le tube échantillon de la sonde et de la connexion.
3. Remplacer le tube échantillon avec un tube de la même longueur que celui utilisé précédemment.
4. Relancer le flux de l’échantillon.


AB SCIEX

Dépannage 5

Tableau 5-1 Dépannage

Symptôme	Cause possible	Solution
Le logiciel Analyst® signale une panne du spectromètre de masse.	• La sonde n'est pas installée. • La sonde n'est pas connectée correctement.	• Installer la sonde. Voir Installer la sonde, page 11. • Déposer et remplacer la sonde. Bien resserrer la bague de connexion en bronze de la sonde. Voir Retirer la sonde, page 28 et Installer la sonde, page 11.
Le logiciel Analyst indique que la sonde APCI est en cours d'utilisation alors que c'est la sonde TurboIonSpray® qui est installée.	Le fusible F3 a sauté.	Contacter un technicien.
La pulvérisation n'est pas uniforme.	L'électrode est bloquée.	Nettoyer ou remplacer l'électrode. Voir Nettoyer le tube électrode, page 28.
La sensibilité est mauvaise.	Les composants de l'interface (à l'avant) sont sales. Des vapeurs de solvants ou d'autres composés inconnus sont présents à proximité de l'analyseur.	Nettoyer les composants de l'interface et repositionner la source d'ions. Optimiser le flux Curtain Gas™. Voir Optimiser les paramètres Gas 1 (Gaz 1), Gas 2 (Gaz 2) et Curtain Gas Flow (Flux Curtain Gas)., page 22.
Pendant le test, la source d'ions ne satisfait pas aux caractéristiques requises.	• Le spectromètre de masse a échoué aux tests d'installation. • La solution de test n'a pas été préparée correctement.	Effectuer les tests d'installation sur le spectromètre de masse avec la source par défaut. Vérifier que les solutions de test ont été préparées correctement. Si le problème persiste, contacter un technicien.

Tableau 5-1 Dépannage (Suite)

Symptôme	Cause possible	Solution
Bruit de fond élevé.	La température (TEM) est trop élevée. Le débit du gaz chauffant (GS2) est trop élevé. La source d'ions est contaminée.	Optimiser la température. Optimiser le débit du gaz chauffant Nettoyer ou remplacer les composants de la source d'ions. Voir Maintenance de la source d'ions, page 25. État de la source et de la face avant : 1. Déplacer la sonde APCI ou TIS à la position la plus éloignée de l'ouverture (verticalement et horizontalement). 2. S'assurer que le chauffage de l'interface est en marche. 3. Infuser ou injecter un mélange à 50:50 de méthanol et d'eau, avec un débit de pompe de 1 ml/min. 4. Dans le logiciel Analyst, régler **TEM** sur 650, **GS1** sur 60 et **GS2** sur 60. 5. Régler le flux Curtain Gas sur 45 ou 50. 6. Faire fonctionner pendant au moins 2 heures ou de préférence toute la nuit pour un résultat optimal.

Tableau 5-1 Dépannage (Suite)

Symptôme	Cause possible	Solution
Les performances de la source d'ions se sont dégradées.	La sonde n'est pas optimisée.	Optimiser la sonde TurboIonSpray ou Optimiser la sonde APCI.
	L'échantillon n'a pas été préparé correctement ou s'est dégradé.	Vérifier que l'échantillon a été préparé correctement.
	Rechercher des fuites dans le système au niveau des raccords de l'entrée de l'échantillon.	Vérifier que les raccords sont bien serrés et remplacer ceux qui présentent des fuites. Ne pas trop serrer les raccords.
		Installer et optimiser une autre source d'ions. Si le problème persiste, contacter un technicien.
Production d'arcs électriques ou d'étincelles.	La position de l'aiguille de décharge par effet corona est incorrecte.	Tourner l'aiguille de décharge par effet corona vers la plaque rideau et loin du flux du gaz chauffant. Voir Régler la position de l'aiguille de décharge par effet corona, page 22.


AB SCIEX

Tests de la source d’ions 6

Exécuter ces tests dans les situations suivantes :

- Après l’installation initiale de la source d’ions.
- Après une maintenance majeure sur la source d’ions ou sur le spectromètre de masse.
- Pour réévaluer les performances de la source d’ions, avant le commencement d’un projet ou dans le cadre d’une procédure opératoire standard.

Pour connaître les spécifications de test des sondes et les paramètres du spectromètre de masse, se reporter aux *Caractéristiques de la source d’ions*.





AVERTISSEMENT !Risques d’irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : utiliser la source d’ions seulement si vous avez les qualifications et la formation appropriées et si vous connaissez les règles de confinement et d’évacuation des matériaux toxiques ou nuisibles utilisés avec la source d’ions. Toute substance toxique ou nocive introduite dans cet équipement sera présente dans la source d’ions et sa sortie d’évacuation.



AVERTISSEMENT !Risque de toxicité chimique : porter un équipement de protection personnelle, un masque respiratoire doté d’un filtre, des gants et des lunettes de protection afin d’éviter toute exposition de la peau et des yeux à l’acétone, au méthanol et à l’isopropanol, et ne pas ingérer ces produits chimiques.





AVERTISSEMENT !Risques d’irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : en cas de déversement de produits chimiques, se reporter aux fiches de données sur la sécurité des produits pour obtenir les instructions spécifiques. N’arrêter l’écoulement ou la fuite que si cela est possible en toute sécurité. Utiliser un équipement de protection personnelle approprié et des tissus absorbants pour contenir le déversement et mettre au rebut conformément aux réglementations locales.

Préparation des tests

Préparer le matériel suivant pour effectuer les tests de performance :

Matériel requis
• Méthanol de qualité LC-MS
• Eau déionisée de qualité HPLC
• Solvant en phase mobile ; solution d’acétonitrile et d’eau 70:30
• Solution de test : 0,0167 pmol/µl (équivalent à 10 pg/µl) de réserpine en phase mobile
• Pour les systèmes quadripolaires triples et QTRAP®, utiliser la solution de 0,0167 pmol/µl de réserpine prédiluée fournie dans le kit de chimie standard AB SCIEX (réf. 4406127). Pour les systèmes TripleTOF® 4600 et 5600/5600+, préparer la solution de test à partir de la solution de 0,167 pmol/µl de réserpine et du diluent standard fourni dans le kit de chimie du système AB SCIEX TripleTOF® (réf. 4456736).
• Pompe HPLC (pour phase mobile)
• Injecteur manuel (8125 Rheodyne ou équivalent) avec une boucle de 5 µl ou un auto-échantillonneur réglé sur des injections de 5 µl
• Tubulure PEEK 1/16" avec un diamètre extérieur de 0,005 pouces
• Source d’ions avec sonde installée
• Seringue de 250 µl à 1000 µl
• Lunettes de protection
• Gants non poudrés (nitrile recommandé)
• Blouse de laboratoire

Se reporter à toutes les fiches de données de sécurité applicables pour connaître les précautions à prendre avant de manipuler des produits chimiques ou des solvants. Avant d’effectuer le test, l’utilisateur doit être suffisamment formé sur le fonctionnement du spectromètre de masse et les procédures de sécurité.



Remarque : Toutes les solutions de test doivent être conservées au réfrigérateur. Si elles sont gardées hors du réfrigérateur pendant plus de 48 heures, les mettre au rebut et utiliser de nouvelles solutions.

Tester la source d’ions sur des systèmes quadripolaires triples et QTRAP

Tester la sonde TurboIonSpray®.

Pour plus d’informations sur l’installation ou l’optimisation de la source d’ions, se reporter à Installer la source d’ions, page 11et Optimisation de la source d’ions, page 15.



AVERTISSEMENT !Risque de surface chaude : les surfaces de la source d’ions chauffent pendant le fonctionnement. Laisser la source d’ions refroidir pendant au moins 20 minutes avant de commencer la moindre procédure de maintenance.

Attention :Dommage potentiel sur l’équipement : ne pas introduire le moindre flux de solvant avant d’avoir vérifié que la source d’ions a atteint la température correcte.

1. S’assurer que le spectromètre de masse a été optimisé à l’aide de la source d’ions par défaut.
2. Retirer toute autre source d’ions installée sur le spectromètre de masse et installer la source d’ions Turbo V.
3. Configurer la pompe HPLC pour distribuer 0,2 ml/min en phase mobile.
4. Raccorder la jonction de mise à la terre de la source d’ions à une pompe, par le biais d’un injecteur équipé d’une boucle de 5 µl ou à auto-échantillonneur.
5. Dans le logiciel Analyst ®, en mode **Tune and Calibrate (Réglage et calibrage),** double-cliquer sur **Manual Tune** (Réglage manuel).
6. Utiliser une méthode et des paramètres optimisés précédemment ou régler les paramètres comme illustré dans tableau 6-1.

Tableau 6-1 Paramètres de la méthode

Paramètre	Valeur
Paramètres MS	
Scan Mode (Mode d’analyse)	MRM
Q1	609,2
Q3	195,1
Scan Time (Temps d’analyse) (Secondes)	0,200
Duration (minutes) (Durée)	10
Paramètres de la source et du gaz	
Curtain Gas™ flow (CUR) (Flux Curtain Gas™)	20 (ou comme optimisé)
Temperature (TEM) (Température (TEM))	700 °C (ou comme optimisé)
Ion Source Gas 1 (Gaz 1 de la source d’ions) (GS1)	50 (ou comme optimisé)
Ion Source Gas 2 (GS2) (Gaz 2 de la source d’ions)	50 (ou comme optimisé)
Pulvérisation ionique (IS) (V)	4500 (ou comme optimisé)
Paramètres du composé	
Declustering Potential (DP) (Potentiel de défragmentation)	100 (ou comme optimisé)
Collision Energy (CE) (Énergie de collision)	45 (ou comme optimisé)
Collision Exit Potential (CXP) (Sortie de collision potentielle)	Comme optimisé

7. Cliquer sur **Start (Démarrer)** ou **Acquire (Acquérir)** pour commencer la collecte des données.

   Attention :Dommage potentiel sur l'équipement : utiliser la valeur la plus élevée possible pour le débit Curtain Gas afin d'éviter de contaminer le spectromètre de masse.

8. Effectuer plusieurs injections de 5 µl de la solution de test de 0,0167 pmol/µl tout en optimisant le gaz nébuliseur (GS1), le gaz du chauffage à turbine (GS2) et le flux Curtain Gas (CUR) de manière à obtenir l'intensité et la stabilité du signal maximales.





AVERTISSEMENT !Risques d'irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : s'assurer que la pointe de l'électrode s'étend au-delà de la pointe de la sonde afin d'éviter que des vapeurs nocives ne s'échappent de la source d'ions.

9. Optimiser l'extension de la pointe de l'électrode. Voir Optimisation de la source d'ions, page 15.
10. Optimiser les positions horizontales et verticales de la sonde.
11. Après l'optimisation de la source d'ions, injecter 5 µl de la solution de test de 0,0167 pmol/µl tout en surveillant m/z 609/195.



Conseil !Le fabricant recommande de remplir avec excès la boucle de 5 µl avec 30 µl à 40 µl de la solution.

12. Répéter l'opération étape 11deux autres fois et noter l'intensité moyenne des trois injections.
13. Imprimer une copie des résultats.
14. Passer en revue la copie imprimée des résultats du test de la sonde TurboIonSpray.
15. Confirmer que les trois injections de la solution de 0,0167 pmol/µl de réserpine sont acceptables. Voir les *Caractéristiques de la source d'ions* correspondant au spectromètre de masse utilisé, si nécessaire.
16. Si les performances de la source d'ions se sont dégradées considérablement, se reporter à Dépannage, page 35.
17. Après avoir terminé les tests, arrêter la pompe LC et régler la température sur 0.

Tester la sonde APCI

Pour plus d'informations sur l'installation ou l'optimisation de la source d'ions, se reporter à Installer la source d'ions, page 11et Optimisation de la source d'ions, page 15.



AVERTISSEMENT !Risque de surface chaude : les surfaces de la source d'ions chauffent pendant le fonctionnement. Laisser la source d'ions refroidir pendant au moins 20 minutes avant de commencer la moindre procédure de maintenance.

Attention :Dommage potentiel sur l’équipement : ne pas introduire le moindre flux de solvant avant de vérifier que la source d’ions a atteint la température correcte.

1. S’assurer que le spectromètre de masse a été optimisé à l’aide de la source d’ions par défaut.
2. Retirer toute autre source d’ions installée sur le spectromètre de masse et installer la source d’ions Turbo V™.
3. Configurer la pompe HPLC pour distribuer 1 ml/min de la phase mobile.
4. Raccorder la jonction de mise à la terre de la source d’ions à une pompe, par le biais d’un injecteur équipé d’une boucle de 5 µl ou à auto-échantillonneur.
5. Dans le logiciel Analyst®, en mode **Tune and Calibrate (Réglage et calibrage),** double-cliquer sur **Manual Tune** (Réglage manuel).
6. Utiliser une méthode et des paramètres optimisés précédemment ou régler les paramètres comme illustré dans tableau 6-2.

Tableau 6-2 Paramètres de la méthode

Paramètre	Valeur
Paramètres MS	
Scan Mode (Mode d’analyse)	MRM
Q1	609,2
Q3	195,1
Scan Time (Temps d’analyse) (Secondes)	0,100
Duration (minutes) (Durée)	10
Paramètres de la source et du gaz	
Curtain Gas flow (CUR) (Flux Curtain Gas)	20 (ou comme optimisé)
Nebulizer Current (NC) (Électro-nébuliseur)	3 (ou comme optimisé)
Temperature (TEM) (Température (TEM))	425 °C
Ion Source Gas1 (GS1) (Gaz 1 de la source d’ions)	30 (ou comme optimisé)
Paramètres du composé	
Declustering Potential (DP) (Potentiel de défragmentation)	100 (ou comme optimisé)
Collision Energy (CE) (Énergie de collision)	45 (ou comme optimisé)
Collision Exit Potential (CXP) (Sortie de collision potentielle)	Comme optimisé

7. Cliquer sur **Start (Démarrer)** ou **Acquire (Acquérir)** pour commencer la collecte des données.

Attention :Dommage potentiel sur l’équipement : utiliser la valeur la plus élevée possible pour le débit Curtain Gas afin d’éviter de contaminer le spectromètre de masse.

8. Effectuer plusieurs injections de 5 µl de la solution de test de 0,0167 pmol/µl tout en optimisant le gaz nébuliseur (GS1), le gaz du chauffage à turbine (GS2), le flux Curtain Gas (CUR) et l’électro-nébuliseur (NC) de manière à obtenir l’intensité et la stabilité du signal maximales.




AVERTISSEMENT !Risques d’irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : s’assurer que la pointe de l’électrode s’étend au-delà de la pointe de la sonde afin d’éviter que des vapeurs nocives ne s’échappent de la source d’ions.

9. Optimiser l’extension de la pointe de l’électrode. Voir Optimisation de la source d’ions, page 15.
10. Optimiser les positions horizontales et verticales de la sonde.
11. Après l’optimisation de la source d’ions, injecter 5 µl de la solution de test de 0,0167 pmol/µl tout en surveillant m/z 609/195.



Conseil !Le fabricant recommande de remplir avec excès la boucle de 5 µl avec 30 µl à 40 µl de la solution.

12. Répéter l’opération étape 11deux autres fois et noter l’intensité moyenne des trois injections.
13. Imprimer une copie des résultats.
14. Passer en revue la copie imprimée des résultats du test de la sonde APCI.
15. Confirmer que les trois injections de la solution de 0,0167 pmol/µl de réserpine sont acceptables. Voir les *Caractéristiques de la source d’ions* correspondant au spectromètre de masse utilisé, si nécessaire.
16. Si les performances de la source d’ions se sont dégradées considérablement, se reporter à Dépannage, page 35.
17. Après avoir terminé les tests, arrêter la pompe LC et régler la température sur 0.

Tester la source d’ions sur les systèmes AB SCIEX TripleTOF® 4600 et 5600/5600+



Remarque : La source d’ions recommandée pour les systèmes TripleTOF 4600 et 5600/5600+ d’AB SCIEX est la DuoSpray™.

Préparer la solution de test

1. Combiner 100 µl de la solution de 0,167 pmol/µl de réserpine et 900 µl du diluent standard.
2. Mélanger à l'aide d'un agitateur Vortex pendant 30 secondes.

   Il en résulte la solution de 0,0167 pmol/µl de réserpine.

Tester la sonde TurboIonSpray

Pour plus d'informations sur l'installation ou l'optimisation de la source d'ions, se reporter à Installer la source d'ions, page 11et Optimisation de la source d'ions, page 15.



AVERTISSEMENT !Risque de surface chaude : les surfaces de la source d'ions chauffent pendant le fonctionnement. Laisser la source d'ions refroidir pendant au moins 20 minutes avant de commencer la moindre procédure de maintenance.

Attention :Dommage potentiel sur l'équipement : ne pas introduire le moindre flux de solvant avant d'avoir vérifié que la source d'ions a atteint la température correcte.

1. S'assurer que le spectromètre de masse a été optimisé à l'aide de la source d'ions par défaut.
2. Retirer toute autre source d'ions installée sur le spectromètre de masse et installer la source d'ions Turbo V™.
3. Configurer la pompe HPLC pour distribuer 0,2 ml/min en phase mobile.
4. Raccorder la jonction de mise à la terre de la source d'ions à une pompe, par le biais d'un injecteur équipé d'une boucle de 5 µl ou à auto-échantillonneur.
5. Dans le logiciel Analyst TF, en mode **Tune and Calibrate** (Réglage et calibrage), double-cliquer sur **Manual Tune** (Réglage manuel).
6. Utiliser une méthode et des paramètres optimisés précédemment ou régler les paramètres comme illustré dans tableau 6-3.

Tableau 6-3 Paramètres de la méthode

Paramètre	Valeur
Paramètres MS	
Scan Mode (Mode d'analyse)	Product Ion (Ion produit)
High Sensitivity (Haute sensibilité) (systèmes 5600/5600+ uniquement)	Activé
Product Of (Produit de)	609,2807
TOF Masses (Da) (Masses TOF)	150 à 650
Accumulation time (secondes) (Temps d'accumulation)	0,200
Duration (minutes) (Durée)	10
Paramètres de la source et du gaz	

Tableau 6-3 Paramètres de la méthode (Suite)

Paramètre	Valeur
Ion Source Gas 1 (Gaz 1 de la source d’ions) (GS1)	50
Ion Source Gas 2 (GS2) (Gaz 2 de la source d’ions)	50
Curtain Gas flow (CUR) (Flux Curtain Gas)	20
Temperature (TEM) (°C) (Température)	700
IonSpray Voltage Floating (ISVF) (V) (Tension flottante IonSpray)	5000
Paramètres du composé	
Declustering Potential (DP) (Potentiel de défragmentation)	100
Collision Energy (CE) (Énergie de collision)	45
Paramètres de résolution	
Q1 Resolution (Résolution Q1)	Unit (Unité)

7. Cliquer sur **Start (Démarrer)** ou **Acquire (Acquérir)** pour commencer la collecte des données.

Attention :Dommage potentiel sur l’instrument : utiliser la valeur la plus élevée possible pour le débit Curtain Gas afin d’éviter de contaminer le spectromètre de masse.

8. Effectuer plusieurs injections de 5 µl de la solution de test de 0,0167 pmol/µl tout en optimisant le gaz nébuliseur (GS1), le gaz du chauffage à turbine (GS2) et le flux Curtain Gas (CUR) de manière à obtenir l’intensité et la stabilité du signal maximales.





AVERTISSEMENT !Risques d’irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : s’assurer que la pointe de l’électrode s’étend au-delà de la pointe de la sonde afin d’éviter que des vapeurs nocives ne s’échappent de la source d’ions.



9. Optimiser l’extension de la pointe de l’électrode. Voir Optimisation de la source d’ions, page 15.
10. Optimiser les positions horizontales et verticales de la sonde.
11. Après l’optimisation de la source, injecter 5 µl de la solution de test de 0,0167 pmol/µl tout en surveillant la fenêtre 50 mDa autour de la masse d’équilibrage de l’ion fragment à m/z 195.



Conseil !Le fabricant recommande de remplir avec excès la boucle de 5 µl avec 30 µl à 40 µl de la solution.

12. Répéter l’opération étape 11deux autres fois et noter l’intensité moyenne des trois injections.
13. Imprimer une copie des résultats.
14. Passer en revue la copie imprimée des résultats.
15. Confirmer que les trois injections de la solution de 0,0167 pmol/µl de réserpine sont acceptables. Voir les *Caractéristiques de la source d’ions* correspondant au spectromètre de masse utilisé, si nécessaire.
16. Si les performances de la source d’ions se sont dégradées considérablement, se reporter à Dépannage, page 35.
17. Après avoir terminé les tests, arrêter la pompe LC et régler la température sur 0.

Tester la sonde APCI

Pour plus d’informations sur l’installation ou l’optimisation de la source d’ions, se reporter à Installer la source d’ions, page 11et Optimisation de la source d’ions, page 15.



AVERTISSEMENT !Risque de surface chaude : les surfaces de la source d’ions chauffent pendant le fonctionnement. Laisser la source d’ions refroidir pendant au moins 20 minutes avant de commencer la moindre procédure de maintenance.

Attention :Dommage potentiel sur l’équipement : ne pas introduire un flux de solvant avant de vérifier que la source d’ions a atteint la température correcte.

1. S’assurer que le spectromètre de masse a été optimisé à l’aide de la source d’ions par défaut.
2. Retirer toute autre source d’ions installée sur le spectromètre de masse et installer la source d’ions Turbo V™.
3. Configurer la pompe HPLC pour distribuer 1 ml/min de la phase mobile.
4. Raccorder la jonction de mise à la terre de la source d’ions à une pompe, par le biais d’un injecteur équipé d’une boucle de 5 µl ou à auto-échantillonneur.
5. Dans le logiciel Analyst TF, en mode **Tune and Calibrate** (Réglage et calibrage), double-cliquer sur **Manual Tune** (Réglage manuel).
6. Utiliser une méthode et des paramètres optimisés précédemment ou régler les paramètres comme illustré dans tableau 6-4.

Tableau 6-4 Paramètres de la méthode

Paramètre	Valeur
Paramètres MS	
Scan Mode (Mode d'analyse)	Product Ion (Ion produit)
High Sensitivity (Haute sensibilité) (systèmes 5600/5600+ uniquement)	Activé
Product Of (Produit de)	609,2807
TOF Masses (Masses TOF)	150 Da à 650 Da
Accumulation time (secondes) (Temps d'accumulation)	0,100
Duration (minutes) (Durée)	10
Paramètres de la source et du gaz	
Ion Source Gas1 (GS1) (Gaz 1 de la source d'ions)	30
Ion Source Gas 2 (GS2) (Gaz 2 de la source d'ions)	10
Curtain Gas flow (CUR) (Flux Curtain Gas)	20
Temperature (TEM) (°C) (Température)	425
Nebulizer Current (NC) (Électro-nébuliseur)	3
Paramètres du composé	
Declustering Potential (DP) (Potentiel de défragmentation)	100
Collision Energy (CE) (Énergie de collision)	45
Paramètres de résolution	
Q1 Resolution (Résolution Q1)	Unit (Unité)

7. Cliquer sur **Start (Démarrer)** ou **Acquire (Acquérir)** pour commencer la collecte des données.

   Attention :Dommage potentiel sur l'instrument : utiliser la valeur la plus élevée possible pour le débit Curtain Gas afin d'éviter de contaminer le spectromètre de masse.

8. Effectuer plusieurs injections de 5 µl de la solution de test de 0,0167 pmol/µl tout en optimisant le gaz nébuliseur (GS1), le gaz du chauffage à turbine (GS2), le flux

Curtain Gas (CUR) et l’électro-nébuliseur (NC) de manière à obtenir l’intensité et la stabilité du signal maximales.





AVERTISSEMENT !Risques d’irradiation, biologiques ou de toxicité chimique potentiels : s’assurer que la pointe de l’électrode s’étend au-delà de la pointe de la sonde afin d’éviter que des vapeurs nocives ne s’échappent de la source d’ions.

9. Optimiser l’extension de la pointe de l’électrode. Voir Optimisation de la source d’ions, page 15.
10. Optimiser les positions horizontales et verticales de la sonde.
11. Après l’optimisation de la source d’ions, injecter 5 µl de la solution de test de 0,0167 pmol/µl tout en surveillant la fenêtre XIC de m/z 195.



Conseil !Le fabricant recommande de remplir avec excès la boucle de 5 µl avec 30 µl à 40 µl de la solution.

12. Répéter l’opération étape 11deux autres fois et noter l’intensité moyenne des trois injections.
13. Imprimer une copie des résultats.
14. Passer en revue la copie imprimée des résultats du test de la sonde APCI.
15. Confirmer que les trois injections de la solution de 0,0167 pmol/µl de réserpine sont acceptables. Voir les *Caractéristiques de la source d’ions* correspondant au spectromètre de masse utilisé, si nécessaire.
16. Si les performances de la source d’ions se sont dégradées considérablement, se reporter à Dépannage, page 35.
17. Après avoir terminé les tests, arrêter la pompe LC et régler la température sur 0.


AB SCIEX



Mode TurboIonSpray®.

La sonde TurboIonSpray utilise deux chauffages à turbine pour souffler de l'azote UHP (pureté ultra-élevée) chaud et sec. La sonde TurboIonSpray occupe une position centrale entre les chauffages à turbine, qui sont placés à un angle de 45° de l'un et l'autre côté de la sonde. La combinaison des effluents de l'IonSpray et le gaz sec chauffé sortant des chauffages à turbine sont projetés à un angle de 90° par rapport à l'ouverture de la plaque rideau.

Seuls les composés qui ionisent dans le solvant liquide peuvent être générés en ions en phase gazeuse dans la source. L'efficacité et la vitesse de production des ions dépendent de l'énergie de solvatation des ions spécifiques. Les ions dont l'énergie de solvatation est basse sont plus sujets à l'évaporation que ceux dont l'énergie de solvatation est supérieure.

L'interaction entre l'IonSpray et les chauffages à turbine contribue à concentrer le flux TurboIonSpray et augmente la vitesse d'évaporation des gouttelettes, entraînant alors l'intensification du signal d'ionisation. Le gaz chauffé augmente l'efficacité de l'évaporation des ions, ce qui entraîne une augmentation de la sensibilité et un meilleur contrôle du débit des échantillons liquides.

Une grande vitesse de débit de gaz nébuliseur sépare les gouttelettes du flux de l'échantillon liquide dans l'admission de l'IonSpray. En utilisant la haute tension variable appliquée au pulvérisateur, la source d'ions applique une charge nette à chaque gouttelette ; cette charge facilite la dispersion des gouttelettes. Les ions à polarité simple sont attirés de préférence dans les gouttelettes par la haute tension à mesure qu'ils sont séparés du flux liquide. Cependant, cette séparation est incomplète et chaque gouttelette contient de nombreux ions à double polarité. Les ions à polarité simple sont prédominants dans chaque gouttelette, et la différence entre le nombre d'ions chargés positivement ou négativement donne la charge nette. Seuls les ions en excès de la polarité prédominante sont disponibles pour leur évaporation et seule une fraction de ces ions s'évapore effectivement.

La polarité et la concentration d'ions en excès dépendent de l'amplitude et de la polarité du potentiel haute tension appliqué au niveau de l'embout du pulvérisateur. Par exemple, lorsqu'un échantillon contient une solution d'arginine dans de l'eau et de l'acétonitrile et qu'une potentialité positive est envoyée dans le pulvérisateur, l'excès d'ions positifs sera de l'arginine H^+ et MH^+.

La sonde TurboIonSpray peut générer des ions à charges multiples à partir des composés comportant des sites de charges multiples, comme les peptides et les oligonucléotides. Cela est utile lors de l'observation d'espèces de haut poids moléculaire dans lesquels les charges multiples produisent des ions dont la valeur du rapport masse/charge (m/z) est comprise dans la plage de masse du spectromètre de masse. Cela permet de déterminer le poids moléculaire de routine des composés en kilodaltons (kDa).

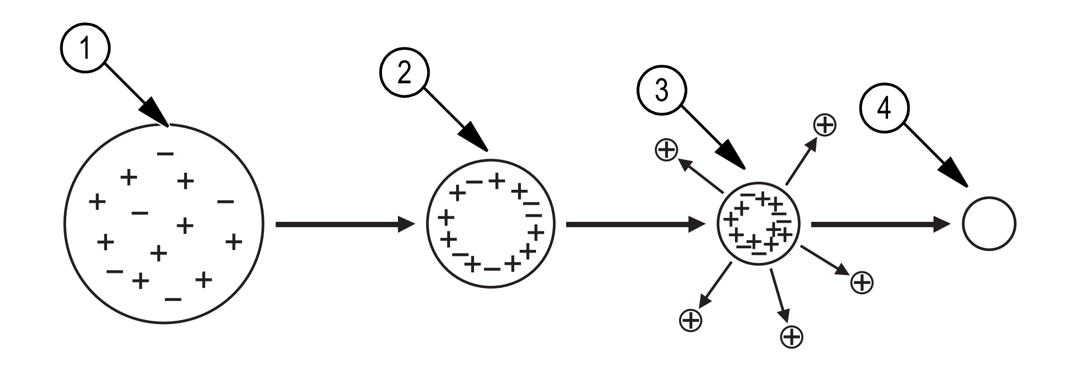


Figure A-1 Évaporation des ions

Élément	Description
1	Le précipité de gouttes contient des ions des deux polarités dont une dominante.
2	À mesure que le solvant s'évapore, le champ électrique augmente et les ions se déplacent à la surface.
3	À certaines valeurs de champ critiques, des ions sont émis par les gouttelettes.
4	Les résidus non volatils restent comme des particules sèches.

Comme illustré dans figure A-1, page 52, chaque gouttelette chargée contient un solvant et des ions positifs et négatifs, mais avec une polarité dominante. Comme un vecteur conducteur, les charges en excès restent à la surface du précipité. À mesure que le solvant s'évapore, le champ électrique à la surface du précipité de gouttes augmente en raison de la réduction du rayon du précipité.

Si le précipité contient un excès d'ions et que suffisamment de solvant s'en évapore, un champ critique est atteint pour chaque ion émis de la surface. En fin de compte, le solvant s'évaporera du précipité, en laissant une particule sèche composée de matière non volatile de la solution de l'échantillon.

Les énergies de solvatation pour la plupart des molécules organiques étant inconnues, les sensibilités de tout ion organique à l'évaporation ionique sont difficiles à prédire. L'importance de l'énergie de solvatation est évidente parce que les agents tensioactifs concentrés à la surface du liquide peuvent être détectés très finement.

Mode APCI

Les incompatibilités qu'impliquait par le passé l'association de la chromatographie en phase liquide avec la spectrométrie de masse étaient dues aux difficultés observées lors de la conversion des molécules relativement non volatiles de la solution liquide en gaz moléculaire sans provoquer de décomposition excessive. Le processus de la sonde APCI de nébulisation douce de l'échantillon dans un précipité de gouttelettes finement dispersées dans un tube chauffé en céramique permet une vaporisation rapide de l'échantillon de sorte que les molécules de ce dernier ne se décomposent pas.

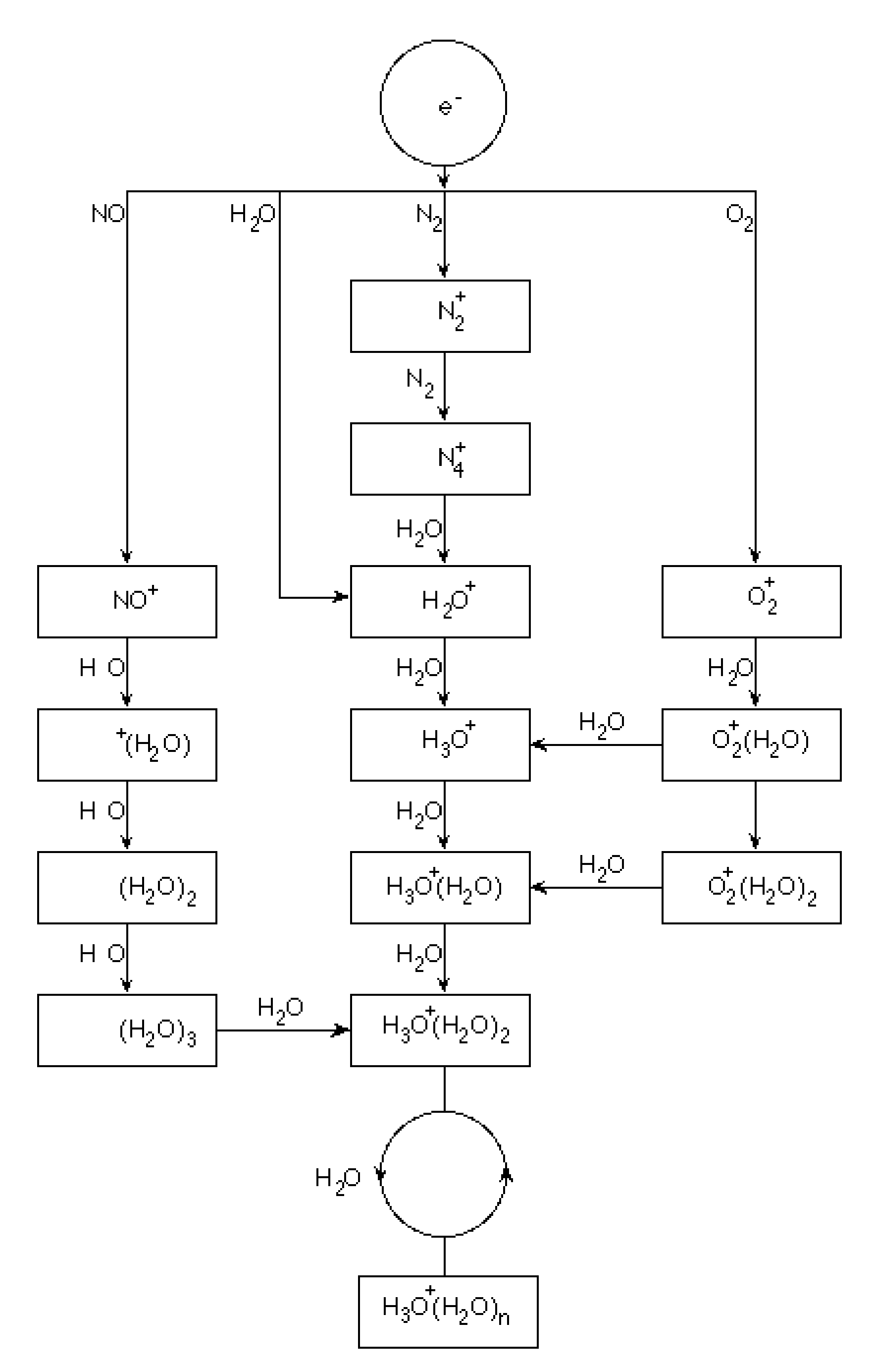


Figure A-2 diagramme du flux de la réaction APCI

La figure A-2 montre la réaction du flux de l'ionisation chimique à pression atmosphérique (APCI) pour des ions positifs réactifs (hydrates de proton, $H_3O^+[H_2O]_n$).

Les principaux ions primaires N_2^+, O_2^+, H_2O^+ et NO^+ sont formés par l'impact d'électrons créés par une décharge corona sur les composants neutres majeurs de l'air. Bien que NO^+ ne soit pas habituellement un des principaux constituants de l'air, sa concentration dans la source est augmentée par les réactions de neutralité initiées par la décharge corona.

Les échantillons introduits à travers la sonde APCI sont pulvérisés, avec un gaz de nébulisation, dans le tube chauffé en céramique. À l'intérieur du tube, les gouttelettes de l'échantillon et du

solvant dispersées finement sont soumises à une vaporisation rapide avec une décomposition thermique minimale. La vaporisation douce préserve l'identité moléculaire de l'échantillon.

Les molécules de l'échantillon et du solvant en phase gazeuse passent dans le logement de la source d'ions, où l'ionisation par APCI est induite par une aiguille de décharge par effet corona connectée à l'extrémité du tube en céramique. Les molécules de l'échantillon sont ionisées par les collisions avec les ions réactifs créés par l'ionisation des molécules de solvant en phase mobile. Comme illustré dans figure A-3, les molécules de solvant vaporisé ionisent pour produire les ions réactifs $[X^{+}H]^{+}$ en mode positif et $[X\text{-}H]^{-}$ en mode négatif. Ce sont ces ions réactifs qui produisent des ions d'échantillonnage stable quand ils entrent en collision avec les molécules de l'échantillon.

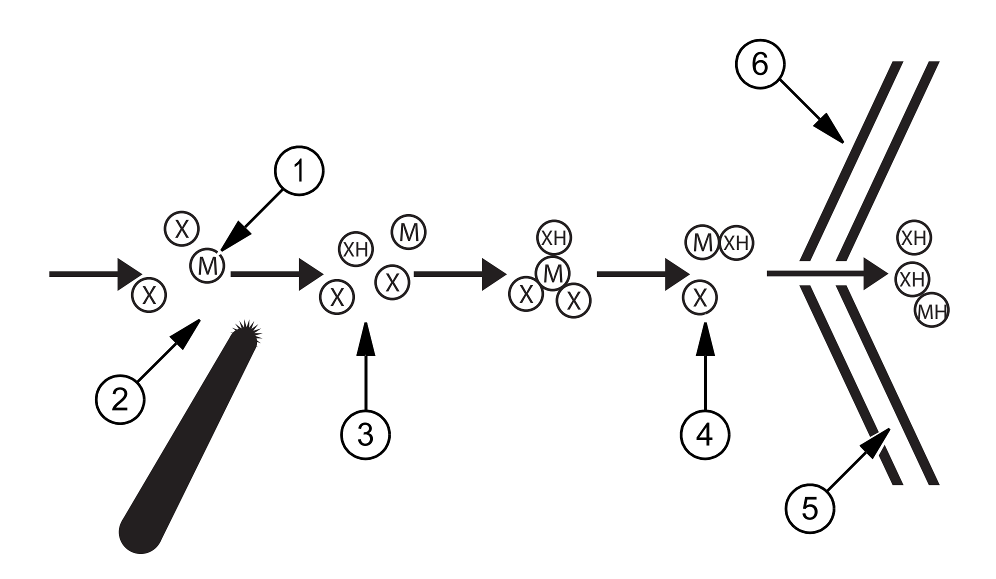


Figure A-3 Ionisation chimique à pression atmosphérique (APCI)

Élément	Description
1	Échantillon
2	Les ions primaires sont créés dans les environs de l'aiguille de décharge par effet corona
3	L'ionisation produit surtout des ions de solvant
4	Les ions réactifs réagissent aux molécules de l'échantillon formant des grappes
5	Interface
6	Plaque rideau
X = molécules de solvant ; M=molécules de l'échantillon	

Les molécules de l'échantillon sont ionisées par un processus de transfert de protons en mode positif ou par transfert d'électrons ou de protons en mode négatif. L'énergie du processus d'ionisation APCI naît essentiellement de la collision par la pression atmosphérique relativement élevée de la source API.

Pour les applications en phase inverse, les ions réactifs se composent de molécules de solvants protonées en mode positif et des ions d'oxygène solvatés en mode négatif. Avec une thermodynamique favorable, l'ajout des modificateurs change la composition des ions réactifs. Par exemple, l'ajout de tampons ou de modificateurs d'acétate peut faire de l'ion d'acétate $[CH_3COO]^-$ le réactif primaire en mode négatif. Les modificateurs d'ammonium peuvent faire de l'ammoniac protoné $[NH_4]^+$ le réactif primaire en mode positif.

Par les collisions, une distribution en équilibre de certains ions (p. ex. des ions en grappe d'eau protonée) est préservée. La probabilité d'une fragmentation prématurée de l'échantillon d'ions dans la source est faible en raison de l'influence modératrice des grappes de solvant sur les ions réactifs et la relativement forte pression des gaz dans la source. En conséquence, le processus d'ionisation donne des ions moléculaires produits principalement pour l'analyse de masse dans le spectromètre de masse.

Région d'ionisation APCI

Les lignes inclinées dans figure A-4 indiquent un réacteur sans paroi. Un courant d'ions de décharge corona à démarrage automatique dans la plage du microampère est créé consécutivement au champ électrique entre l'aiguille de décharge et la plaque rideau. Les ions primaires, p. ex. N_2^+ et $O_2^{+,}$ sont formés par la perte d'électrons provenant du plasma à proximité immédiate de la pointe de l'aiguille de décharge. L'énergie de ces électrons est modérée par un certain nombre de collisions avec les molécules de gaz avant d'atteindre une énergie où leur courbe d'efficacité d'ionisation leur permet d'ioniser efficacement des molécules neutres.

La figure A-4 indique l'emplacement général du réacteur ion-molécule de la sonde APCI.

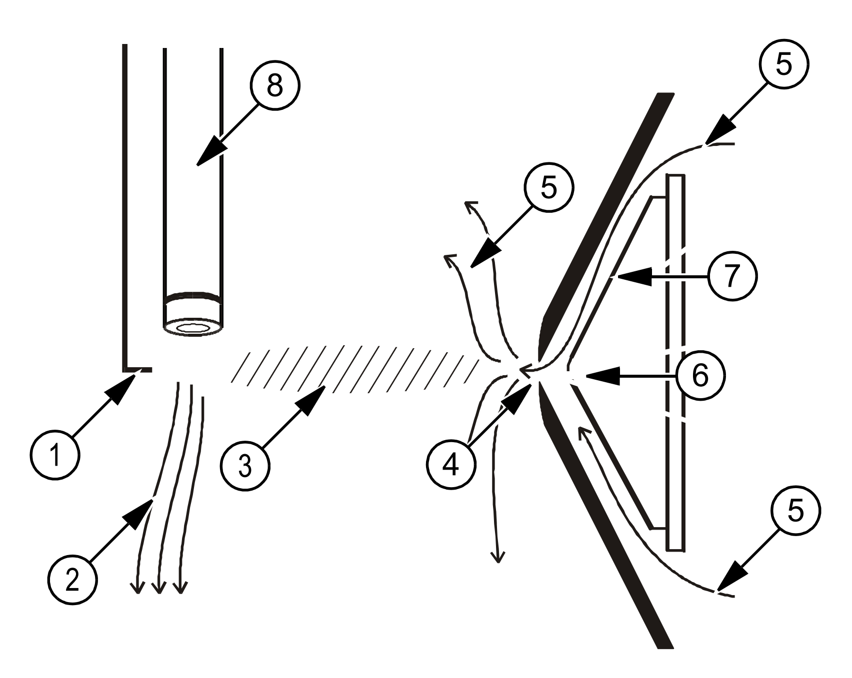


Figure A-4 Région d’ionisation APCI

Élément	Description
1	Pointe de l’aiguille de décharge
2	Débit de l’échantillon
3	Réacteur sans paroi
4	Ouverture de la plaque rideau
5	Source Curtain Gas™
6	Orifice
7	Plaque à orifice
8	Tube en céramique

Les ions primaires, à leur tour, génèrent des ions intermédiaires qui conduisent à la formation de l’échantillon d’ions. Les ions de la polarité choisie dérivent sous l’influence du champ électrique dans le sens de la plaque rideau et à travers le rideau de gaz dans l’analyseur de masse. L’ensemble du processus de formation des ions naît essentiellement de la collision par la pression atmosphérique relativement élevée de la sonde APCI. Sauf dans la proximité immédiate de la pointe de l’aiguille de décharge, où la force du champ électrique est plus grande, l’énergie impartie à un ion par le champ électrique est faible en comparaison avec l’énergie thermique de cet ion.

Par les collisions, une distribution égale de certains ions (p. ex. des ions en grappe d’eau protonée) est préservée. Tout excédent d’énergie qu’un ion peut acquérir pendant le processus de réaction ion-molécule est thermalisé. Par la stabilisation des collisions, bon nombre des ions produits sont réparés, même si de nombreuses collisions se sont succédé. La formation des ions produits et des ions réactifs est régie par les conditions d’équilibre à une pression de fonctionnement (atmosphérique) de 760 torr.

La sonde APCI fonctionne comme un réacteur sans paroi, car les ions qui passent de la source vers la chambre de dépression, puis finalement dans le détecteur, ne sont jamais soumis à des collisions avec la paroi. Ils sont uniquement l'objet de collisions avec d'autres molécules. Les ions sont également formés en dehors de la source API désignée, mais ils ne sont pas détectés et sont finalement neutralisés en interagissant avec la surface de la paroi.

La température de la sonde est un facteur important pour le fonctionnement de la sonde APCI. Pour préserver l'identité moléculaire, la température doit être suffisamment élevée pour assurer une évaporation rapide. À une assez haute température de fonctionnement, les gouttelettes s'évaporent rapidement pour que les molécules organiques soient désorbées des précipités avec un minimum de dégradation thermique. Toutefois, si le réglage de la température est trop bas, l'évaporation est plus lente et une pyrolyse, ou décomposition, peut se produire avant la fin de la vaporisation. Le fonctionnement de la sonde APCI à des températures supérieures à la température optimale peut provoquer la décomposition thermique de l'échantillon.

Consommables et pièces de rechange



Les tableaux suivants répertorient les pièces à commander pour la source d'ions Turbo V™. Les pièces sont disponibles dans le kit de consommables du spectromètre de masse. Le kit de consommables des systèmes des séries 4500 et 5500 porte la référence 1026540. Le kit de consommables des systèmes TripleTOF® 4600 et 5600 d'AB SCIEX porte la référence 1038888.

Les consommables et les pièces de rechange sont illustrées dans les figure B-1, page 60 à figure B-3, page 61.

Tableau B-1 Consommables

Référence	Description	Quantité	Détails
016316	TUBE* DE 1 16 X ORIFICE 0,005	cm	Tubulure PEEK rouge (orifice de 0,005")
016325	RACCORD* PEEK 10 32 X 1 16"	1	Raccord PEEK marron
016485	TUBE* PEEK DE 1 16-DI 0,0025"	cm	Tubulure PEEK chair (orifice de 0,0025")
019675	RACCORD* INSERT EN T ORIFICE 0,25	1	Insert en T (orifice de 0,25 mm)
025388	ÉLECTRODE*N	1	Électrode APCI
025392	ÉLECTRODE*T	1	Électrode TurboIonSpray®

Tableau B-2 Pièces de rechange

Référence	Description	Quantité	Détails
027947	FRU*KIT AIGUILLE NÉB	1	Aiguille de décharge par effet corona
027950	FRU*KIT ÉLECTRODE NÉB	1	Kit d'électrode APCI
1003263	FUSIBLE* 4 A 250 V 5X20 TEMPORISÉ	1	Fusible F3 temporisé T4A 250 V, 5 mm × 20 mm (Non utilisé avec les systèmes TripleTOF 4600 et 5600/5600+ d'AB SCIEX.)
027460	OPT* ENS NÉB	1	Ensemble de la sonde APCI
027461	OPT* ENS TURBO	1	Ensemble de la sonde TurboIonSpray

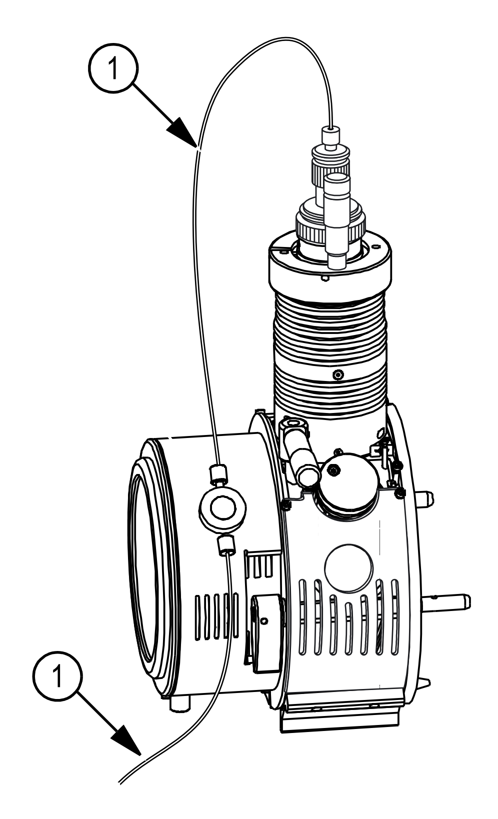


Figure B-1 Consommables pour la source d'ions

Élément	Description
1	Tubulure PEEK, réf. 016316 ou 016485

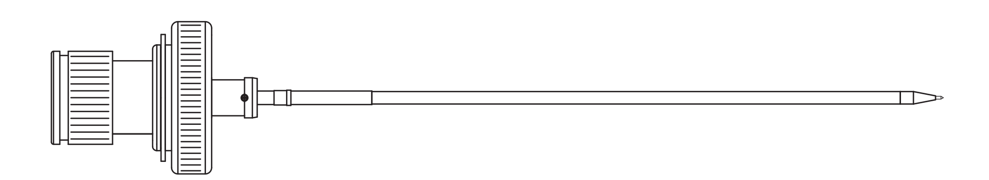


Figure B-2 Ensemble de la sonde TurboIonSpray (réf. 027461)

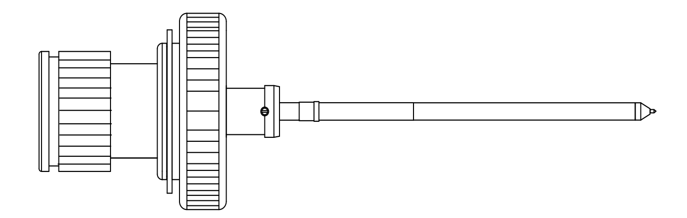


Figure B-3 Ensemble de la sonde APCI (réf. 027460)


AB SCIEX



Selon la source d'ions installée sur le spectromètre de masse, différents paramètres dépendant de la source pourront être optimisés.

Paramètres de la sonde TurboIonSpray®

Le tableau C-1 indique les conditions de fonctionnement recommandées pour la sonde TurboIonSpray® à trois débits différents. Pour chaque débit, le flux Curtain Gas™ doit être aussi élevé que possible. La composition du solvant utilisé pour l'optimisation était un mélange à 50:50 d'eau et d'acétonitrile. Ces conditions représentent un point de départ pour l'optimisation de la sonde TurboIonSpray. Par un processus itératif, optimiser les paramètres en utilisant l'analyse des injections de flux de manière à obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible pour le composé d'intérêt.

Tableau C-1 Optimisation des paramètres de la sonde TurboIonSpray

Paramètre	Valeurs typiques			Plage de fonctionnement
Débit LC	5 µl/min à 50 µl/min	200 µl/min	1000 µl/min	5 µl/min à 3000 µl/min
Gaz 1 (gaz nébuliseur)	20 psi à 40 psi	40 psi à 60 psi	40 psi à 60 psi	0 psi à 90 psi
Gaz 2 (gaz chauffant)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi à 90 psi
Source Curtain Gas™	20 psi	20 psi	20 psi	20 à 50 psi
Température*	0 °C à 200 °C	200 °C à 650 °C	400 °C à 750 °C	Jusqu'à 750 °C
Probe vertical micrometer setting (Réglage du micromètre vertical de la sonde)	7 à 10	2 à 5	0 à 2	0 à 13
Probe horizontal micrometer setting (Réglage du micromètre horizontal de la sonde)	4 à 8	4 à 6	4 à 6	0 à 10

Tableau C-1 Optimisation des paramètres de la sonde TurboIonSpray

Paramètre	Valeurs typiques	Plage de fonctionnement
* Les valeurs de température optimales dépendent du composé et de la composition de la phase mobile (un contenu hautement aqueux exige une température supérieure). La valeur zéro (0) signifie qu’aucune température n’est appliquée.		

Paramètres de la sonde APCI

Tableau C-2 Paramètre d’optimisation de la sonde APCI

Paramètre	Valeur nominale	Plage de fonctionnement
Débit LC	1000 µl/min	200 µl/min à 2000 µl/min
Gaz 2	30 psi	0 psi à 90 psi
Source Curtain Gas™	20 psi	20 psi à 50 psi
Température*	400 °C	100 ºC à 750 ºC
Électro-nébuliseur	Positif : 3 Négatif : -3	Positif : 0 à 5 Négatifs : -5 à 0
Réglage du micromètre vertical	4	0 à 13
* La valeur de température dépend du composé		

Description des paramètres

Tableau C-3 Paramètres dépendant de la source

ID	Nom	Description
GS1	Gaz 1 de la source d’ions	Contrôle le gaz nébuliseur pour la sonde TurboIonSpray® et le gaz auxiliaire pour la sonde APCI. Le gaz nébuliseur contribue à générer de petites gouttelettes du débit de l’échantillon et affecte la stabilité et la sensibilité de la pulvérisation.
GS2	Gaz 2 de la source d’ions	Contrôle le gaz chauffant pour la sonde TurboIonSpray Le gaz chauffant évapore les gouttelettes pulvérisées. La meilleure sensibilité est obtenue lorsque la combinaison de la température (TEM) et du débit du gaz poussé (GS2) conduit le solvant LC au point auquel il est presque entièrement vaporisé. Pour optimiser GS2, augmenter le débit de manière à obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit. En cas d’augmentation significative du bruit de fond. Un débit de gaz trop élevé peut produire du bruit ou un signal instable.

Tableau C-3 Paramètres dépendant de la source (Suite)

ID	Nom	Description
CUR	Curtain Gas™ flow (Flux Curtain Gas™)	Contrôle le débit du gaz vers l'interface Curtain Gas. L'interface de Curtain Gas est située entre la plaque rideau et l'ouverture. Elle empêche la pénétration de l'air ambiant et des gouttes de solvants et la contamination des valeurs des éléments optiques ioniques, tout en dirigeant les ions de l'échantillon vers la chambre de dépression par la production de champs électriques entre l'interface de dépression et l'aiguille de pulvérisation. La contamination des composants optiques d'entrée ioniques réduit donc la transmission Q0, la stabilité et la sensibilité, et augmente les bruits de fond. Maintenir le flux Curtain Gas à un niveau aussi élevé que possible sans perte de sensibilité.
TEM	Température	Contrôle la chaleur appliquée à l'échantillon pour le vaporiser. La température optimale est la température la plus basse à laquelle l'échantillon est complètement vaporisé. Optimiser par incréments de 50 °C.

Tableau C-3 Paramètres dépendant de la source (Suite)

ID	Nom	Description
	Température (suite)	**Sonde TurboIonSpray :** contrôle la température du gaz chauffant dans la sonde TurboIonSpray. Le gaz chauffant évapore le solvant pour produire des ions d'échantillon en phase gazeuse. La meilleure sensibilité est obtenue lorsque la combinaison de la température (TEM) et du débit du gaz chauffant (GS2) conduit le solvant LC au point auquel il est presque entièrement vaporisé. À mesure que la teneur en matière organique du solvant augmente, la température optimale de la sonde doit diminuer. Avec les solvants composés à 100 % de méthanol ou d'acétonitrile, les performances de la sonde peuvent être optimisées à une température minimale de 300 °C. Les solvants aqueux composés d'eau à 100 %, à des débits d'environ 1000 µl/min, nécessitent une température de sonde maximale de 750 °C. Si le réglage de la température est température est trop bas, alors l'évaporation est incomplète et de grosse et visible gouttes seront expulsées dans le logement de la source d'ions. Si la température est trop élevée, le solvant peut être vaporisé prématurément au niveau de la pointe de la sonde TurboIonSpray, en particulier si le réglage de celle-ci est trop bas (5 mm à 13 mm). **Sonde APCI :** contrôle la température de la sonde APCI. À mesure que la teneur en matière organique du solvant augmente, la température optimale de la sonde doit diminuer. Avec les solvants composés à 100 % de méthanol ou d'acétonitrile, les performances de la sonde peuvent être optimisées à des températures minimales de 400 °C, à des débits de 1000 µl/min. Les solvants aqueux composés d'eau à 100 %, réglés sur des débits d'environ 2000 µl/min, nécessitent une température de sonde minimale de 700 °C. Si le réglage de la température est température est trop bas, alors l'évaporation est incomplète et de grosse et visible gouttes seront expulsées dans le logement de la source d'ions. Si le réglage de la température est trop élevé, il peut se produire une dégradation thermique de l'échantillon.
NC	Électro-nébuliseur ou courant d'aiguille	Les paramètre NC contrôlent le courant appliqué sur l'aiguille de décharge par effet corona dans la sonde APCI. La décharge ionise les molécules de solvant, qui à leur tour ionisent les molécules de l'échantillon. Pour la sonde APCI le courant appliqué sur l'aiguille de décharge par effet corona (NC) généralement est optimum dans une fourchette large (de 1 mA à 5 mA). Pour l'optimisation, commencer avec la valeur 1, puis augmenter cette valeur de manière à obtenir le meilleur signal ou rapport signal/bruit possible. Si, lorsque le courant est augmenté, aucune variation du signal n'est observée, laisser alors le courant au niveau le plus bas fournissant la meilleure sensibilité (p. ex. 2 mA).

Tableau C-3 Paramètres dépendant de la source (Suite)

ID	Nom	Description
IS	Tension IonSpray™ ou Tension flottante IonSpray™	Le paramètre IS contrôle la tension appliquée au pulvérisateur, qui ionise l'échantillon dans la source d'ions. Il dépend de la polarité et affecte la stabilité du jet et la sensibilité.
ihe	Chauffage de l'interface	Ce paramètre est toujours activé pour les systèmes 4600, 5500 et 5600/5600+. Le paramètre ihe permet d'activer et de désactiver l'interface. Chauffer l'interface permet d'optimiser le signal d'ionisation et empêche la contamination des éléments optiques ioniques. À moins que le composé analysé par l'utilisateur soit extrêmement fragile, nous recommandons que l'interface soit chauffée. Avec la source d'ions Turbo V™, la plaque de l'interface est chauffée à 100 °C.

Position de la sonde

La position de la sonde peut affecter la sensibilité de l'analyse. Pour plus informations sur la manière d'optimiser la position de la sonde, voir Optimiser la sonde TurboIonSpray, page 16 et Optimiser la sonde APCI, page 20. Pour plus d'informations sur l'optimisation du spectromètre de masse, voir le guide de prise en main du logiciel *Analyst® (Getting Started Guide)* ou le *manuel d'utilisation du système (System User Guide).*

Composition du solvant

La concentration standard de formiate d'ammonium ou d'acétate d'ammonium est de 2 mmol/l à 10 mmol/l pour les ions positifs et de 2 mmol/l à 50 mmol/l pour les ions négatifs. La concentration d'acides organiques est de 0,1 % à 0,5 % par volume pour la sonde TurboIonSpray et 0,1 % à 2,0 % en volume pour la sonde APCI.

Solvants courants :

- Acétonitrile
- Méthanol
- Propanol
- Eau

Modificateurs courants :

- Acide acétique
- Acide formique
- Formiate d'ammonium
- Acétate d'ammonium

Les modificateurs suivants ne sont pas fréquemment utilisés, car ils compliquent le spectre avec leurs mélanges d'ions et leurs combinaisons en grappes. Ils peuvent également atténuer la puissance du signal ionique des composés cibles :

- Triéthylamine (TEA)

- Phosphate de sodium
- Acide trifluoroacétique (TFA)
- Sulfate dodécyl de sodium

Indice

T

